

FERROMAGNETISCHE γ -Fe-FILME AUF Cu(111)

INAUGURAL-DISSERTATION

zur

Erlangung der Doktorwürde

des

Fachbereichs Physik

der Philipps-Universität Marburg/Lahn

vorgelegt von

WERNER KÜMMERLE

aus Göppingen

Marburg/Lahn 1977

Druck: Görich & Weiershäuser, Marburg

FERROMAGNETISCHE γ -Fe-FILME AUF Cu(111)

INAUGURAL-DISSERTATION

zur

Erlangung der Doktorwürde

des

Fachbereichs Physik

der Philipps-Universität Marburg/Lahn



vorgelegt von

WERNER KÜMMERLE

aus Göppingen

Marburg/Lahn 1977

Druck: Görich & Weiershäuser, Marburg



vom Fachbereich Physik der Philipps-Universität Marburg/Lahn
als

Dissertation angenommen am : 24. 4. 1977

Tag der mündlichen Prüfung : 18. 5. 1977

Berichterstatte r : Prof. Dr. U. Gradmann

Mitberichterstatte r : Prof. Dr. J. Stuke

Zusammenfassung

Die magnetischen Eigenschaften des fcc γ -Fe sind im Gegensatz zu denen des bcc α -Fe nur unzureichend bekannt, da der natürliche Existenzbereich des γ -Fe auf hohe Temperaturen beschränkt ist. Bei tiefen Temperaturen kann die γ -Phase durch Abschrecken aus einer übersättigten CuFe-Lösung in Form von Ausscheidungen [4] oder durch epitaktisches Wachstum auf einer Cu-Einkristalloberfläche stabilisiert werden [7,8].

Bereits vorliegende experimentelle Ergebnisse an solchen Proben sind widersprüchlich. γ -Fe-Ausscheidungen sind antiferromagnetisch [11,12,15-18]; sehr kleine Ausscheidungen zeigen jedoch superparamagnetisches Verhalten [13,14]. An γ -Fe-Filmen wird sowohl eine antiferromagnetische [31-35] als auch eine ferromagnetische [9] Ordnung gefunden. Über die Struktur der magnetisch untersuchten Proben werden in der Regel keine oder nur ungenaue Angaben gemacht. Die Vielfalt der vorliegenden Ergebnisse sowie das magnetische Verhalten des amorphen Fe [36-38] deuten jedoch auf eine empfindliche Strukturabhängigkeit der magnetischen Ordnung im Eisen hin. Magnetische Untersuchungen an γ -Fe-Proben mit wohldefinierter Struktur sind daher von besonderem Interesse.

γ -Fe-Filme wurden von TILLMANN [41] im UHV auf Cu(111)-Oberflächen aufgedampft und mit LEED und AES untersucht; die Gitterkonstante des γ -Fe ist mit der der Cu-Unterlage identisch (vollständige Pseudomorphie). Abhängig von den Präparationsbedingungen entstanden kohärente, flächenhafte oder Insel-Schichten.

Die γ -Fe-Filme wurden in einem Torsionsschwingungsmagnetometer hoher Empfindlichkeit ($\Delta m = 2,0 \cdot 10^{-18}$ Wbm bei $2 \cdot 10^5 \frac{\text{A}}{\text{m}}$) im Temperaturbereich von 5 bis 500 K vermessen. Das wichtigste Ergebnis dieser Untersuchungen lautet: γ -Fe-Filme auf Cu(111) sind ferromagnetisch. Sie zeigen im untersuchten Schichtdickenbereich von 3 bis ca. 85 Å eine konstante OK-Magnetisierung von $0,58 \pm 0,13 \mu_B/\text{Atom}$, unabhängig davon, ob flächenhaftes oder Insel-Wachstum vorliegt. Die Anisotropiefelder von flächenhaften und Insel-schichten zeigen qualitativ völlig verschiedene Temperaturabhängigkeiten; es wird vermutet, daß es sich hierbei im wesentlichen um eine

Oberflächen- bzw. Volumenanisotropie handelt.

Die Möglichkeit, daß der Ferromagnetismus der Schichten durch kleine α -Fe-Anteile bedingt ist, wird diskutiert und kann ausgeschlossen werden.

Die scheinbare Diskrepanz zu Ergebnissen anderer Autoren kann auf unterschiedliche Gitterkonstanten zurückgeführt und qualitativ sowohl mit der Bethe-Slater-Kurve, dem WEISS'schen Modell zweier γ -Zustände [23] sowie neueren Bandberechnungen [65-67] verstanden werden.

Diese Arbeit stellt den ersten experimentellen Nachweis der Existenz der ferromagnetischen Ordnung des γ -Eisens in einem größeren Temperaturbereich an Schichten mit unterschiedlichem Wachstumsmodus jedoch wohldefinierter Struktur dar.

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1. Problemstellung und Stand der Forschung.	1
2. Fe-Schichten auf Cu(111)	7
2.1. Präparation und Strukturanalyse	7
2.2. Schichtdickenmessung durch Ionenrückstreuung. .	11
3. Magnetometrie.	15
3.1. Theoretische Beschreibung des Meßverfahrens . .	15
3.1.1. Ferromagnetische Schicht.	17
3.1.2. Paramagnetische Schicht	20
3.1.3. Verhalten magnetischer Schichten im Torsions- schwingungsmagnetometer (schematisch)	23
3.2. Das Torsionsschwingungsmagnetometer	25
3.2.1. Aufbau und Funktionsweise	25
3.2.2. Auflösungsvermögen.	28
3.2.3. Kryostat und Temperaturmessung.	29
3.3. Magnetische Störeffekte	31
3.3.1. Der Probenhalter.	31
3.3.2. Der Substratglimmer	33
3.4. Das Auswerteverfahren	36
4. Meßergebnisse.	42
4.1. Magnetometrische Ergebnisse	42
4.1.1. Magnetischer Ordnungszustand.	42
4.1.2. J_s und H_L bei flächenhaften Schichten	45
4.1.3. J_s und H_L bei Insel-Schichten	51
4.1.4. Hysterese-Verhalten	53

4.2. Ferromagnetische Resonanz.	57
4.3. Zusammenfassung der Ergebnisse	60
5. Diskussion.	64
5.1. Mögliche Einwände gegen den experimentellen Befund	64
5.2. Hinweise auf die Existenz einer ferromagne- tischen γ -Phase aus Untersuchungen an Aus- scheidungen und amorphen Fe-Legierungen. . . .	66
5.3. Deutung der Ergebnisse	69
Literaturverzeichnis	76

1. Problemstellung und Stand der Forschung

Eisen existiert bei Atmosphärendruck in zwei kristallinen Phasen: Vom absoluten Nullpunkt bis 1183 K und von 1663 K bis zum Schmelzpunkt (1807 K) in der kubisch-raumzentrierten bcc (α)-Phase, von 1183 K bis 1663 K in der kubisch-flächenzentrierten fcc (γ)-Phase (Zahlenwerte nach [1]).

Während die magnetischen Eigenschaften der α -Phase mit der ferromagnetischen Ordnung und einer Curie-Temperatur von 1041 K wohl bekannt sind, sind diejenigen der γ -Phase aufgrund des bei relativ hohen Temperaturen liegenden Existenzgebietes nur unzureichend erforscht. Die ersten verlässlichen Messungen der paramagnetischen Suszeptibilität in diesem Temperaturbereich stammen von SUCKSMITH und PEARCE (1938) [2]. Schon früher (1911) hatten WEISS und FOEX [3] (zitiert nach [2] und [22]) aus ihren Suszeptibilitätsmessungen eine negative Curie-Temperatur extrapoliert und daraus geschlossen, daß die magnetische Wechselwirkung im γ -Fe negativ sei.

Untersuchungen der magnetischen Eigenschaften bei tiefen Temperaturen erfordern eine künstliche Stabilisierung der γ -Phase des Eisens. Hierzu bieten sich drei verschiedene Methoden an:

1) Ausscheidung von γ -Fe in einer fcc-Cu-Matrix

Durch Abschrecken aus einer übersättigten Cu-Fe-Lösung und geeignetes Tempern werden kleine zusammenhängende Eisenbereiche mit fcc-Struktur in der Cu-Matrix ausgeschieden. Diese sogenannten Ausscheidungen haben nach NEWKIRK [4] nahezu kugelförmige Gestalt bis ca. 10^3 Å Durchmesser und eine von der Cu-Matrix abweichende Gitterkonstante von 3,588 Å.

2) Stabilisierung des γ -Fe durch Legierungsbildung

Verschiedene binäre Fe-Legierungen (z.B. mit N, C, Mn, Au, Ni, Pd und Pt) sowie einige technischen ternären Stähle (z.B. austenitische und Invar-Stähle) liegen bereits bei Zusätzen von einigen Prozenten in fcc-Struktur vor; durch Untersuchung der magnetischen Eigenschaften in Abhängigkeit von der Zusammensetzung und Extrapolation auf 100 % Fe-Gehalt kann auf

die des reinen γ -Fe geschlossen werden. Einen ausführlichen Überblick über die zahlreichen Arbeiten über 3d-Legierungen und deren Deutung im Rahmen verschiedener Modelle gibt VOGT [5,6].

- 3) Epitaktisches Aufwachsen von γ -Fe auf einer Cu-Oberfläche
JESSER und MATTHEWS [7,8] bedampften einkristalline Cu(001)-Substrate mit Fe und erhielten Schichten mit fcc-Struktur und der Gitterkonstante des Cu-Substrates. WRIGHT [9] präparierte durch elektrolytisches Abscheiden auf einer Cu(110)-Einkristalloberoberfläche γ -Fe-Filme.

Zunächst sollen die wichtigsten Ergebnisse magnetischer Untersuchungen an γ -Fe-Ausscheidungen sowie an γ -Fe-Legierungen kurz referiert werden. Nachdem SMITH 1940 [10] aufgrund von Untersuchungen an kaltverformten Cu-Fe-Proben eine kubisch-flächenzentrierte Struktur und nicht-ferromagnetische Ordnung des ausgeschiedenen Eisens vermutet hatte, gaben KNAPPWOST und BOCKSTIEGEL 1953 [11,12] für ihre Eisen-"Cumuli" in Cu-Fe-Mischkristallen eine antiferromagnetische Ordnung an, da das durch Tempern in "cumuli" ausgeschiedene Eisen weder ferro- noch, wie zuvor im gelösten Zustand, paramagnetisch, sondern praktisch unmagnetisch war. BERGHOUTS (1961) [13] Suszeptibilitäts- und Widerstandsmessungen zeigten, daß die Entmischung der homogenen Fe-Cu-Phase vorübergehend zu einer positiven Wechselwirkung zwischen den Fe-Atomen der entstehenden fcc-Bereiche mit ca. 30 Atomen führt, bis bei größeren Ausscheidungen diese wieder verschwindet. Dieser Ausscheidungsmechanismus wird später (1972) durch Mößbaueruntersuchungen von WINDOW [14] bestätigt, der zu dem Schluß kommt, daß kleine Bereiche mit weniger als 12 Atomen superparamagnetisch sind und erst größere Ausscheidungen, in denen jedes Fe-Atom ca. 6 nächste Nachbarn hat, unmagnetisch werden. Durch Neutronenbeugung fanden 1962 ABRAHAMS, GUTTMAN und KASPER [15] eine antiferromagnetische Spinstruktur in γ -Fe-Ausscheidungen ähnlich der in γ -Mn mit einer Néel-Temperatur von 8 K und einem magnetischen Moment von $0,7 \mu_B$ /Fe-Atom. GONSER et al. (1963) [16] erhielten an zwei verschiedenen Ausscheidungsproben durch Mößbauerspektroskopie für T_N die Werte 55 K und

67 K und vermuteten daher, daß die Néel-Temperatur eine Funktion der Ausscheidungsgröße sei. Der Wert von 67 K für T_N wurde von JOHANSON et al. (1970) [17] durch Neutronenbeugung bestätigt. WILLIAMSON et al. [18] konnten 1974 mit Hilfe des Mößbauer-effekts die Abhängigkeit der Néel-Temperatur von der Ausscheidungsgröße nachweisen: Ausgehend von ausscheidungsfreien Cu-Fe-Mischkristall ($T_N = 0$) wächst T_N mit zunehmender Ausscheidungsgröße an, bis bei einem mittleren Teilchendurchmesser von ca. 250 Å der "Sättigungswert" von $T_N = 67$ K erreicht ist. Neuerdings wird von ETTWIG und PEPPERHOFF [19] die Gültigkeit dieses Ergebnisses für den kompakten reinen γ -Fe-Kristall angezweifelt, da in den kohärenten Ausscheidungen immer noch ca. 2 bis 3 % Cu gelöst ist und nach ihren Untersuchungen am Fe-Mn-Cu-System [20] Kupferzusätze bei fcc-antiferromagnetischen Eisenlegierungen T_N erniedrigen. Aufgrund von Mößbaueruntersuchungen an der Legierungsreihe $\text{Fe}_x(\text{Mn}_{2/3}\text{Ni}_{1/3})_{1-x}$ kommen sie zu einem oberen Grenzwert für die Néel-Temperatur der reinen γ -Fe-Phase von 90 K.

Den ersten Nachweis der antiferromagnetischen Ordnung in einer fcc-Fe-Legierung - einem austenitischen Stahl mit 18 at%Cr und 9 at%Ni - erbrachten 1958 KONDORSKII und SEDOV [21] durch Suszeptibilitätsmessungen, aus denen sie eine Néel-Temperatur von 40 K erhielten. Antiferromagnetismus ist von einer Reihe von Autoren an fcc-Cr-Ni-Fe und γ -Fe-Mn Legierungen mit Mößbauer- und Neutronenbeugungs-Experimenten nachgewiesen worden. Eine Übersicht über die Ergebnisse an fcc-Fe-Legierungen sowie eine Deutung der gefundenen Spinstrukturen im Rahmen des Bändermodells gibt ISHIKAWA [22].

Die antiferromagnetische Ordnung der Ausscheidungen sowie der angeführten Fe-Legierungen erscheint experimentell abgesichert. Bereits 1961 vermuteten jedoch TAUER und WEISS [23], daß im fcc-Fe nicht nur eine antiferromagnetische, sondern auch eine ferromagnetische Ordnung existieren sollte.

Bei einer Reihe von Fe-Legierungen wird das sogenannte Invar-Verhalten beobachtet. Darunter versteht man die Tatsache, daß im geordneten magnetischen Zustand der magnetisch bedingte Beitrag

zum Volumen außergewöhnlich groß ist und einen negativen Temperaturkoeffizienten hat, so daß das Volumen des Materials in bestimmten Grenzen temperatur-invariant wird. Den Invar-Legierungen kommt eine besondere technische Bedeutung zu und eine theoretische Deutung dieser Anomalie ist mehrfach versucht worden. Einen Überblick über verschiedene Erklärungen und eigene Ansätze hierzu geben HAUSCH und WARLIMONT [24] sowie WINDOW [25].

WEISS [26] konnte mit der von TAUER und WEISS [23] entwickelten Vorstellung zweier energetisch getrennter elektronischer Zustände im γ -Fe im Ni-Fe-Legierungssystem das Invarverhalten sowie einige andere experimentelle Befunde erklären. In diesem Modell existieren ein γ_1 -Grundzustand mit antiferromagnetischer Ordnung -verbunden mit kleiner Gitterkonstante ($3,55 \text{ \AA}$) und einem kleinen magnetischen Moment ($0,5$ bis $0,7 \mu_B/\text{Atom}$) - und ein um $0,0355 \text{ eV}$ höherliegender γ_2 -Zustand mit ferromagnetischer Ordnung -verbunden mit einer großen Gitterkonstante ($3,64 \text{ \AA}$) und einem großen magnetischen Moment ($2,8 \mu_B/\text{Atom}$). Am absoluten Nullpunkt ist nur der Grundzustand besetzt; die Besetzung des γ_2 -Zustandes ist thermisch aktiviert und kann als Verschieben eines Elektrons aus der einen Hälfte des $3d$ -Bandes in die andere gedeutet werden. Dem Umlappen des Spins würde eine Differenz von $2\mu_B$ entsprechen; ein Wert, der in etwa mit der Differenz der angegebenen Momente im γ_1 - bzw. γ_2 -Zustand übereinstimmt. TAUER und WEISS entwickelten ihr Modell aufgrund des umfangreichen experimentellen Materials an verschiedenen fcc-Fe-Legierungen (aus ferromagnetischen FePt, FePd und FeNi mit großem Moment kann eine große Gitterkonstante für Fe, aus antiferromagnetischen FeC, FeMn und FeN mit kleinem Moment kann eine kleine Gitterkonstante für Fe extrapoliert werden) sowie der spärlich vorliegenden Daten des reinen γ -Fe. So hatten bereits WILKINSON und SHULL [27] aufgrund der unveränderten Streuintensität der diffusen Neutronenbeugung beim Durchfahren des α/γ -Überganges des Fe vermutet, daß sich das Moment des γ -Fe bei hohen Temperaturen nur geringfügig von dem des α -Fe ($2,2\mu_B/\text{Atom}$) unterscheide. KAUFMAN, CLOUGHERTY und WEISS [28] unterstützten die γ_1/γ_2 -Hypothese durch Messungen der Druck- und Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes

im Gebiet der α/γ -Phasenumwandlung und deren Kombination mit thermodynamischen, volumetrischen und anderen Daten. MIDOWNIK [29] wendete das WEISS'sche Konzept zur Beschreibung der thermodynamischen Eigenschaften des Systems FeNiCr an und erzielte damit eine befriedigende Übereinstimmung mit experimentellen Werten. Nach WINDOW [25] gibt das WEISS'sche Konzept keine hinreichende Erklärung für das Invarverhalten des NiFe, sondern liefert nur eine parametrische Beschreibung. BENNETT und SWATZENDRUBER [30] haben in Mößbauerspektren von CuFe- und CuNiFe-Legierungen außer dem gelösten paramagnetischen Eisen verschiedene Peak-Formen für das γ -Fe gefunden, die sie mit den WEISS'schen γ_1 , γ_2 -Zuständen identifizieren.

WRIGHT [9] erhielt an seinen elektrolytisch auf Cu(110) abgeschiedenen und elektronenmikroskopisch strukturüberprüften γ -Fe-Schichten bei Raumtemperatur mit Elektronenspinresonanz eine ferromagnetische Ordnung mit $1,1 \mu_B/\text{Atom}$. Die Abweichung vom erwarteten Wert ($2,8 \mu_B/\text{Atom}$) erklärt er aufgrund der pseudomorphen Gitterkontraktion der γ -Fe-Schichten gegenüber dem reinen γ_2 -Zustand. WILLIAMSON et al. [31] konnten dagegen durch Mößbaueruntersuchungen an ihren $10 \text{ \AA}$ dicken -allerdings polykristallinen- Fe-Cu-Schichten bei Raumtemperatur nur Paramagnetismus feststellen. Auch weitere Untersuchungen an polykristallinen Filmen erbrachten keine eindeutigen Ergebnisse [32,33]. An $18 \text{ \AA}$ dicken Fe-Filmen, die bei 300°C auf epitaktische Cu(100)-Substrate aufgedampft waren, konnte jedoch mit Hilfe des Mößbauereffektes bei tiefen Temperaturen der Übergang vom paramagnetischen in den antiferromagnetischen Zustand verfolgt werden [34]. An weiteren $18 \text{ \AA}$ Fe-Filmen, präpariert auf Cu(100)-Einkristalloberflächen, deren fcc-Struktur elektronenmikroskopisch abgesichert ist, wurde wiederum antiferromagnetische Ordnung mit $T_N = 80 \pm 10 \text{ K}$ gefunden [35].

Die antiferromagnetische Ordnung in γ -Fe ist also in ausreichender Weise, wenn auch nicht völlig frei von Widersprüchen, experimentell abgesichert. Das Ergebnis von WRIGHT stellt dagegen den einzigen direkten experimentellen Beleg für die von

TAUER und WEISS postulierte ferromagnetische Ordnung der reinen γ -Phase dar. Hinweise, daß die fcc-Nahordnung des Eisens mit einer ferromagnetischen Ordnung verknüpft sind, geben allerdings auch die Ergebnisse am amorphen Eisen. FELSCH [36] konnte mit geringen nichtmetallischen Zusätzen Eisen amorph auf eine gekühlte Unterlage kondensieren. Dieses amorphe Eisen ist ferromagnetisch, es konnte jedoch nicht entschieden werden, ob dies eine Folge einer fcc- oder bcc-Nahordnung ist [37]. Amorphe AuFe-Legierungen mit fcc-Nahordnung sind ebenfalls ferromagnetisch und haben bis 97 at%Fe ein Moment von $2,9 \mu_B/\text{Atom}$; erst bei höherer Fe-Konzentration fällt das Moment steil ab [38]. Diese Ergebnisse legen den Schluß nahe, daß das ferromagnetische Moment von ca. $2,9 \mu_B/\text{Atom}$ im γ -Fe zu seiner Ausbildung nicht die Translationsinvarianz des Kristallgitters benötigt, sondern durch eine Nahordnung der Koordinationszahl 12 hervorgerufen wird.

Die magnetischen Eigenschaften der γ -Phase des Eisens sind teilweise noch ungeklärt und die bereits vorliegenden Ergebnisse erscheinen kontrovers. Weitere experimentelle Untersuchungen sind daher nötig. Die Klärung der magnetischen Ordnung des Eisens ist aus zwei Gründen von besonderem Interesse, einmal aufgrund des sogenannten Invar-Problems (alle Invarlegierungen haben fcc-Struktur und hohen Fe-Gehalt [25]), zum anderen, weil die strukturelle Abhängigkeit der magnetischen Ordnung beim Eisen besonders evident ist (außer dem bcc α -Fe und dem fcc γ -Fe existiert bei hohen Drucken auch ein -vermutlich paramagnetisches- hcp ϵ -Fe [39]).

Aufgrund der WEISS'schen Hypothese und der Arbeit von WRIGHT sollten γ -Fe-Schichten mit einer dem Kupfer identischen Gitterkonstante ferromagnetisches Verhalten zeigen. In unserer Arbeitsgruppe besteht eine langjährige Erfahrung in der Präparation flächenhafter epitaktischer 3d-Metall-Schichten auf Cu(111)-Substraten und deren Strukturanalyse, sowie die Möglichkeit, diese magnetometrisch zu vermessen (siehe [40] und die dort angeführten Arbeiten), so daß es sich anbot, der obigen Fragestellung nachzugehen.

2. Präparation und Charakterisierung der Schichten

2.1. Präparation und Strukturanalyse

Die Präparation der Proben wurde von P. TILLMANNS durchgeführt und ist an anderer Stelle [41,42] ausführlich dargestellt¹⁾. Hier sollen daher nur die für das Verständnis der magnetischen Untersuchungen nötigen Ergebnisse zusammengefaßt werden.

Die Präparation der Eisenschichten erfolgte in einer kommerziellen LEED-AES-Apparatur (Vacuum Generators) unter UHV-Bedingungen (Restgasdruck $< 10^{-9}$ torr). Als Substrat für die Eisenschichten diente eine saubere und atomar ebene Cu(111)-Oberfläche, die durch Aufdampfen auf eine frisch gespaltene Glimmerscheibe bei einer Substrattemperatur von 520°C [43] erzeugt wurde. Auf das abgekühlte Cu-Substrat (6 mm x 45 mm) wurde aus einem BeO-Tiegel spektralreines Eisen über ein Blendensystem so kondensiert, daß nebeneinander eine Serie von 7 Fe-Schichten unterschiedlicher Dicke der Abmessungen 6 mm x 4 mm entstand. Nach der LEED- und AES-Analyse wurde die Probenserie mit ca. 2000 Å Cu abgedeckt, so daß sie vor Oxidation geschützt, dem Vakuum entnommen und in sieben Einzelpräparate zerschnitten werden konnte. Die Aufdampfbedingungen wurden in folgender Weise variiert: präpariert wurde bei Substrattemperaturen $T_s = 20, 100, 200, 300$ sowie 400°C und Aufdampfzeiten A zwischen 0,01 und 1,5 s. A und T_s wurden während einer Präparationsserie konstant gehalten. Durch einen simultan zum Substrat bedampften Schwingquarz wurden Aufdampfzeit und Schichtdicke festgelegt.

Ziel der Untersuchungen war es, die kritische Dicke, bis zu der das Eisen in der fcc-Struktur aufwächst (den sogenannten γ/α -Übergang), sowie den Wachstumsmodus (flächenhaftes oder inselartiges Aufwachsen) in Abhängigkeit der Präparationsparameter Aufdampfzeit und Substrattemperatur zu bestimmen.

Bei den dünnsten Schichten waren die LEED-Reflexe des Eisens mit denen der Cu(111)-Unterlage identisch (Abweichung der Reflex-

¹⁾ Die Nomenklatur der Proben in dieser Arbeit ist identisch mit der in [41,42].

abstände $< 0,3 \%$). Fe wächst also in fcc γ -Struktur vollständig pseudomorph auf dem Cu(111)-Substrat auf. Die R.T.-Gitterkonstanten sind für Cu $a_{\text{Cu}} = 3,615 \text{ \AA}$, für γ -Fe-Ausscheidungen in Cu $a_{\text{Fe}} = 3,588 \text{ \AA}$ [4,8,44]; der sich ergebende Fehlpas von $0,75 \%$ wird in den epitaxialen γ -Fe(111)-Schichten durch pseudomorphe Verzerrungen kompensiert, wie auch JESSER und MATTHEWS [7,8] für Fe(100) auf Cu beobachteten. Bei zunehmender Schichtdicke wurde ein weiterer Reflex typ sichtbar, der der bcc α -Phase des Eisens zugeordnet werden muß, wobei

bcc $[\bar{1}11]$ parallel zu fcc $[10\bar{1}]$ ist.

Aus dem Vergleich der berechneten Reflexabstände mit den experimentell bestimmten ergibt sich, daß das γ -Fe frei von epitaxialen Verzerrungen ist. Die mittlere Schichtdicke, bei der die ersten Andeutungen der α -Reflexe auftreten, wächst mit der Substrattemperatur von $8 \text{ \AA}$ bei 20°C bis auf $> 80 \text{ \AA}$ bei 400°C an. Dies ist in Abb.1 dargestellt, wobei jedem Balken eine Serie mit fester Substrattemperatur T_s entspricht und das untere Ende des Balkens den letzten reinen γ -Reflextyp sowie das obere Ende das

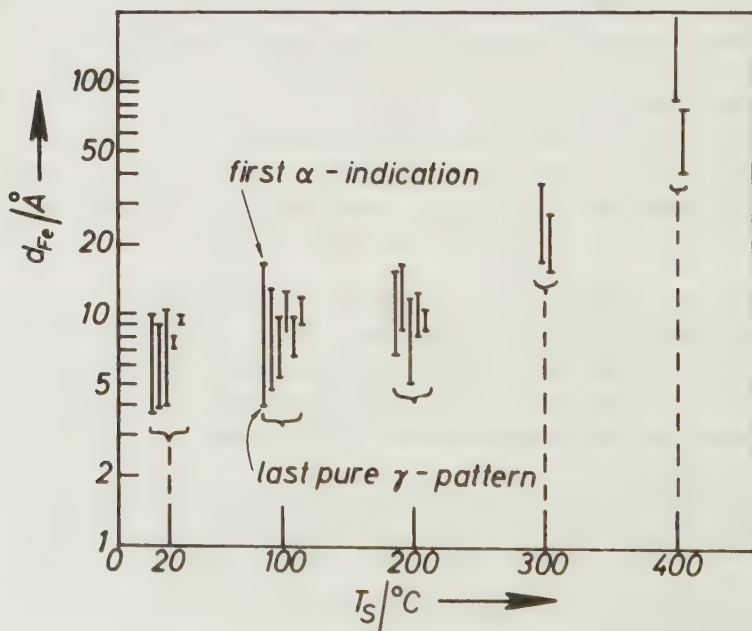


Abb.1 : Einfluß der Substrattemperatur auf den γ/α -Übergang

erste Anzeichen eines α -Reflexes anzeigt. Änderungen der Aufdampfrate im untersuchten Bereich von 0,01 bis 1,5 Å/s haben keine erkennbaren Auswirkungen auf die Lage des γ/α -Überganges.

Für die Auger-Untersuchungen wurde bei Cu der MMM-Übergang bei 60 eV und bei Fe der bei 47 eV herangezogen und als Augerintensität I der peak-to-peak-Abstand der 2. Ableitung des Elektronenstromes nach dem Bremspotential bezeichnet. An einer Serie unterschiedlicher Dicke d , präpariert bei fester Substrattemperatur und Aufdampfrate erhält man das sogenannte Augerprofil, d.h. die normierten Augerintensitäten des Substrates $I_{\text{Cu}}/I_{\text{Cu}}^{\text{max}}$ und des Deposits $I_{\text{Fe}}/I_{\text{Fe}}^{\text{max}}$ als Funktion der Schichtdicke d . Bei Schicht-für-Schicht-Wachstum gilt für die normierten Augerintensitäten in einer Kontinuumsnäherung

$$I_{\text{Cu}}/I_{\text{Cu}}^{\text{max}} = \exp \{- d_{\text{Fe}}/d_{\text{O}}^{\text{Cu}}\}$$

und

$$I_{\text{Fe}}/I_{\text{Fe}}^{\text{max}} = 1 - \exp\{- d_{\text{Fe}}/d_{\text{O}}^{\text{Fe}}\}$$

wenn d_{O}^{Cu} und d_{O}^{Fe} die Informationstiefen für die Augerelektronen in der Fe-Schicht sind. Die Augerintensitäten der Präparationsserien mit hoher Aufdampfrate und niedriger Substrattemperatur konnten durch die obigen Gleichungen beschrieben werden, d.h. diese Serien entstanden durch Schicht-Wachstum. Aus ihnen konnten für die Informationstiefen die folgenden Werte ermittelt werden:

$$d_{\text{O}}^{\text{Cu}} = 6,8 \pm 1,0 \text{ Å}$$

$$d_{\text{O}}^{\text{Fe}} = 6,9 \pm 1,1 \text{ Å}$$

Mit zunehmender Substrattemperatur und abnehmender Aufdampfrate nehmen die Abweichungen von dem durch die obigen Gleichungen beschriebenen Verhalten, d.h. dem Schicht-Wachstum, zu. Die Augerintensitäten $I_{\text{Fe}}(d)$ und $I_{\text{Cu}}(d)$ sind nur noch schwach schicht-dickenabhängig. Sieht man das Verhältnis $I_{\text{Fe}}/I_{\text{Cu}}$ als Maß für die Fe-Bedeckung an, so kann aus den Auger-Messungen geschlossen werden, daß die Bedeckung nur schwach von der Schichtdicke abhängt, d.h. das Schichtwachstum mit 2-dim. Keimen beginnt, die

bei andauernder Kondensation bei fast konstanter Fläche nur noch in die Höhe weiterwachsen. Aufgrund dieser Vorstellungen wurden den Meßpunkten Kurvenzüge angepaßt, die durch die folgenden Gleichungen gegeben sind:

$$I_{\text{Cu}}/I_{\text{Cu}}^{\text{max}} = p \exp \{-d/p \cdot d_0^{\text{Cu}}\} + (1-p)$$

$$I_{\text{Fe}}/I_{\text{Fe}}^{\text{max}} = p (1 - \exp \{-d/p \cdot d_0^{\text{Fe}}\})$$

Hierbei sei eine Schicht der mittleren Dicke d aus Inseln der mikroskopischen Dicke $\frac{d}{p}$ zusammengesetzt, die den Anteil p der Cu-Oberfläche bedecken. Da im Experiment ein monotoner Anstieg der Bedeckung p mit der Schichtdicke beobachtet werden konnte, wird für $p(d)$ der folgende lineare Ansatz gemacht:

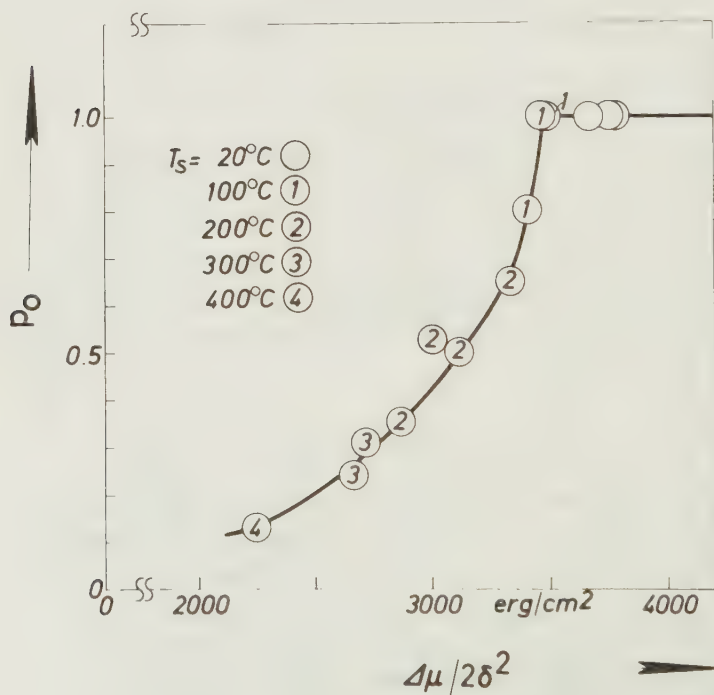


Abb.2 : Wachstumsparameter p_0 als Funktion der Übersättigungsdichte

$$p = p_0 + (1 - p_0) \cdot \frac{d}{d_k} .$$

p_0 ist die anfängliche Eisenbedeckung (extrapoliert auf $d = 0$) und d_k die Dicke, bei der die Inseln zusammenwachsen. Die sich aus der Anpassungsrechnung ergebende Bedeckung p_0 kann als Wachstumsparemeter aufgefaßt werden. Für $p_0 = 1$ liegt flächenhaftes Schicht-Wachstum, für $p_0 < 1$ Inselwachstum vor.

Die beiden Aufdampfparemeter A und T_s können zur Übersättigung $\Delta\mu$ zusammengefaßt werden:

$$\Delta\mu := k_B T_s \ln S$$

mit $S := P_A/P_s(T_s)$, P_s dem Sättigungsdampfdruck und P_A dem Dampfdruck des Atomstrahls. P_s kann der Literatur entnommen und P_A aus der Aufdampfrate A berechnet werden. Trägt man für jede Präparation den Wachstumsparemeter p_0 gegen die zugehörige Übersättigungsdichte $\Delta\mu/2\delta^2$ (δ^2 = Fläche der Elementarzelle des Kondensates in der Kontaktebene) auf, so kann aus dem Knick von $p_0 = 1$ zu kleineren Werten (vgl. Abb.2), eine kritische Übersättigungsdichte von 3460 erg/cm^2 bestimmt werden. Für $\Delta\mu/2\delta^2 > 3460 \text{ erg/cm}^2$ liegt also Schicht-für-Schicht-Wachstum, für $\Delta\mu/2\delta^2 < 3460 \text{ erg/cm}^2$ Inselwachstum vor.

Alle fcc γ -Fe-Schichten haben eine Gitterkonstante $a_{Fe} = 3,615 \text{ \AA}$. Je nach Wahl der Wachstumsparemeter wurden dünne ($d < 10 \text{ \AA}$), flächenhafte Schichten mit kohärenten einkristallinen Bereichen von $100 \text{ \AA}$ bis ca. $1 \mu\text{m}$ Durchmesser [45], oder dicke ($d < 400 \text{ \AA}$) Inselschichten, deren Lateralabmessungen vermutlich in der Größenordnung der Inselhöhe sein werden, präpariert.

2.2. Schichtdickenbestimmung durch Ionenrückstreuung¹⁾

Da ein Ziel der magnetischen Untersuchungen die Angabe eines Magnetisierungswertes für die γ -Fe-Phase ist, und diese als Quotient aus magnetisch bestimmten Moment $J_s V$ und dem geometrischen Schichtvolumen V (Probenfläche A x Schichtdicke d) be-

¹⁾ Die Ionenrückstreuungsmessungen wurden von Dipl.Phys. U. Steiner durchgeführt.

stimmt wird, ist die genaue Kenntnis der Schichtdicke besonders wichtig. Während der Präparation wird die Schichtdicke aus der Frequenzänderung des simultan bedampften Schwingquarzes bestimmt.

Eine Präparationsserie besteht aus 7 Einzelschichten, von denen in der Regel 3 Schichten reine γ -Fe sind; die übrigen enthalten α -Fe-Anteile. Aus dem magnetometrisch bestimmten Moment $J_S V$ kann eine magnetische Schichtdicke $d_m = J_S V / (J_\alpha \cdot 0,24 \text{ cm}^2)$ angegeben werden. Diese weicht für die dickste γ/α -Fe-Schicht, die nur einen sehr kleinen γ -Fe-Anteil enthält, nur geringfügig von der angegebenen Quarz-Schichtdicke ab. Aus der Übereinstimmung von d_m mit der Quarzdicke d_Q wird geschlossen, daß d_Q auch für die reinen γ -Schichten eine zuverlässige Dickenangabe darstellt.

Eine weitere, hiervon unabhängige Schichtdickeninformation kann aus Ionenrückstreuungsexperimenten gewonnen werden. Da es sich hierbei um eine relativ aufwendige Meßtechnik handelt, wurde dieses Verfahren nur bei 2 Proben angewendet, nämlich der Probe Nr.2 aus der Serie 50314 und der Probe Nr.7 aus der Serie 50425 (zur Nomenklatur der Proben vergleiche [41,42]). Die Serie 50425 ist bei 400°C präpariert und enthält nur γ -Fe-Proben; dieser Serie kommt für die Angabe des Magnetisierungswertes eine besondere Bedeutung zu, die eine unabhängige Schichtdickenüberprüfung erstrebenswert macht.

Da bei den Proben eine relativ dünne Fe-Schicht ($d < 200 \text{ \AA}$) zwischen zwei je ca. $2000 \text{ \AA}$ dicken Cu-Schichten eingebettet ist und dieses Sandwich auf einem durch gelöste Fe-Ionen verunreinigten Glimmerstück von einigen μm Dicke ruht, mußte eine Nachweismethode gefunden werden, bei der sowohl eine hohe Nachweissensempfindlichkeit für Eisen als auch die Möglichkeit der Unterscheidung des Schichteisens von dem des Glimmersubstrates gegeben sind. Die elastische Ionenrückstreuung stellt eine solche Methode dar. Die auf das Target mit fester Energie E_0 senkrecht zur Oberfläche eingeschossenen Ionen werden an den Targetatomen gestreut und unter einem festen Winkel θ_{Lab} mit einer verringerten Energie E_1 beobachtet. Diese hängt einmal von der Masse des streuenden Atoms, zum anderen vom Abstand des Atoms von der Ober-

fläche ab, da die mit der Energie E_0 eingeschossenen Ionen sowohl auf dem Weg zum Stoßpartner als auch nach dem Stoß auf dem Weg zurück zur Oberfläche Energie verlieren: Die an den Fe-Atomen des Glimmers gestreuten Ionen werden bei einer anderen Energie als die am Fe der Schicht gestreuten den Detektor erreichen.

Die Messungen wurden mit α -Teilchen der Energie 8 MeV bei Strahlzeiten von ca. 1500 s durchgeführt. Zur Kalibrierung des Verfahrens -Anpassung der Wirkungsquerschnitte für Rückwärtsstreuung an die Rutherford-Streuquerschnitte- wurden an drei freitragenden, ca. 1000 Å dicken Fe-Schichten die Vorwärts- ($\theta_{\text{Lab}} = 50^\circ$) und die Rückwärtsstreuung ($\theta_{\text{Lab}} = 170^\circ$) gemessen. Die Proben selbst wurden mit der Cu-Oberfläche zur Strahlrichtung hin orientiert.

Bei der Probe 50425 - 7 erhält man eine Massenbelegung von $7,8 \text{ g/cm}^2$, d.h. $d_I = 99,1 \text{ Å}$. Die Übereinstimmung mit $d_Q = 87,2 \text{ Å}$ ist befriedigend; sie liegt im Rahmen der Meßgenauigkeit der Ionenrückstreuungsmethode.

Da die Ionenrückstreuung bei der Serie 50425 zu einem mit der Quarzdicke konsistenten Ergebnis führte, war es naheliegend, die Schichtelemente der Präparation 50314, bei denen d_Q und d_m auseinander fielen, ebenfalls mit Ionenrückstreuung zu überprüfen.

An der Probe 50314 - 2 ergibt sich aus der Ionenrückstreuung eine Massenbelegung von $9,47 \text{ g/cm}^2$ Fe, d.h. eine Schichtdicke $d_I = 120 \text{ Å}$ im Gegensatz zur Schwingquarzdicke $d_Q = 197,1 \text{ Å}$. Sämtliche Proben dieser Serie -es handelt sich um 2 reine γ -Fe und 5 Proben mit α -Fe-Anteil- wurden magnetometrisch vermessen; dies erlaubt ebenfalls eine Aussage über die Schichtdicke. Für eine Schicht, die sowohl γ - als auch α -Fe enthält, gilt sicher der Ansatz:

$$(JV)_{\text{Mess}} = J_\alpha V_\alpha + J_\gamma V_\gamma$$

Falls A die Probenfläche und $d = d_\alpha + d_\gamma$ die Schichtdicke ist, erhält man daraus:

$$\frac{1}{A} (JV)_{\text{Mess}} = J_{\alpha} d - (J_{\alpha} - J_{\gamma}) d_{\gamma} .$$

Da $d_{\gamma} = d_{\gamma, \text{max}}$ im 2-Phasengebiet eine Konstante ist, kann aus $1/A(JV)_{\text{Mess}}(d)$ die α -Fe-Magnetisierung J_{α} als Steigung der Ausgleichsgeraden entnommen werden. Trägt man $(1/A)(JV)_{\text{Mess}}$ gegen d_Q auf, so erhält man $J_{\alpha, Q} = 1,33 \pm 0,14 \text{ Wb/m}^2$, trägt man $(1/A)(JV)_{\text{Mess}}$ gegen d_I auf, so erhält man $J_{\alpha, I} = 2,21 \pm 0,24 \text{ Wb/m}^2$. Der Literaturwert beträgt $2,14 \text{ Wb/m}^2$. Die magnetischen Messungen sind also bei Verwendung von d_I in guter Weise konsistent; für die beiden γ -Fe-Proben werden die nach dem Ionenrückstreuungsergebnis korrigierten Dicken angegeben.

3. Magnetometrie

Die magnetischen Messungen -Bestimmung des magnetischen Momentes $J_S V$ sowie des Anisotropiefeldes H_L - wurden in einen Torsionsschwingungsmagnetometer (TSM) durchgeführt.

Die Schicht hängt hierbei an einem Torsionsfaden in einem homogenen Magnetfeld und wird zur Oszillation angeregt. Durch die magnetischen Anisotropien wird ein zusätzliches feldabhängiges Richtmoment erzeugt, das aus der Schwingungsdauer bestimmt werden kann. GRIFFITH und MACDONALD [46] wendeten dieses Prinzip zuerst an. MEIERLING und GÄRTNER [47] zeigten, daß eine einachsige Anisotropie senkrecht zur Schichtebene berücksichtigt werden muß, um eine korrekte Analyse an gesättigten ferromagnetischen Schichten zu erzielen. GRADMANN [48,49] gelang es durch eine pneumatische Entdämpfung der Schwingung, die Empfindlichkeit den Erfordernissen obligatomarer Schichten anzupassen.

Für die Untersuchungen an γ -Fe-Schichten war der für magnetische Messungen zugängliche Temperaturbereich bis zu Heliumtemperaturen zu erweitern. Zu diesem Zweck wurde ein weiteres, mit einem kommerziellen Helium-Kryostaten ausgestattetes Magnetometer konzipiert, das sich im wesentlichen durch eine bessere Stabilität der Schwingungsdauer und damit einer größeren Empfindlichkeit, sowie eine bequemere Handhabung auszeichnet. Der Aufbau dieser Version wurde bereits an anderer Stelle [50] beschrieben, er wird jedoch in Abschnitt 3.2. nochmals ausführlich dargestellt.

3.1. Theoretische Beschreibung des magnetometrischen Meßverfahrens

Eine dünne magnetische Schicht des Volumens V hänge an einem Torsionsfaden in einem homogenen Magnetfeld H (Abb.3). Ein kartesisches Koordinatensystem sei fest mit der Schicht verbunden, so daß die horizontale x -Achse und die vertikale y -Achse -die die Drehachse bildet- in der Schichtebene liegen, während die z -Achse mit der Flächennormalen zusammenfällt. Die Magnetisierung $\vec{J} = J(\sin\theta \cdot \cos\phi; \sin\theta \sin\phi; \cos\theta)$ ist durch den

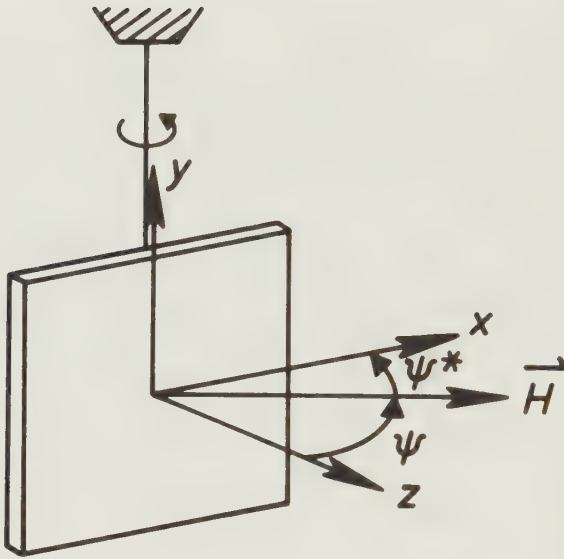


Abb.3 : Koordinatensystem der magnetischen Schicht im äußeren Feld H .

Betrag J und die Polarwinkel θ , ϕ , das magnetische Feld $\vec{H} = H(\sin\psi; 0; \cos\psi)$ durch den Betrag H und den Winkel ψ gegeben. Das magnetische Drehmoment auf die Schicht kann aus der freien Enthalpie G berechnet werden, für die, unter Voraussetzung einer homogenen Magnetisierung J , gilt:

$$G = - V \vec{J} \cdot \vec{H} + F \quad (1)$$

F ist die freie Energie der Schicht. Für eine ferromagnetische Schicht, die zum Feld H um den Winkel ψ gedreht ist, kann die Gleichgewichtsorientierung der spontanen Magnetisierung des Films, $\theta_0(\psi)$, $\phi_0(\psi)$, aus den folgenden Bedingungen erhalten werden:

$$\frac{\partial G}{\partial \theta} (\psi, \theta_0, \phi_0) = 0 \quad (2)$$

$$\frac{\partial G}{\partial \phi} (\psi, \theta_0, \phi_0) = 0 \quad (3)$$

Das magnetische Richtmoment R ist gegeben durch:

$$R = \frac{\partial^2 G}{\partial \psi^2} (\psi, \theta_0, \phi_0) \quad (4)$$

R kann aus der gemessenen Schwingungsdauer T bestimmt werden:

$$R(H) = 4\pi^2 \theta (T^{-2}(H) - T_0^{-2}) , \quad (5)$$

wenn θ das Trägheitsmoment des schwingenden Systems und T_0 die Schwingungsdauer im Feld $H = 0$ ist.

3.1.1. Ferromagnetische Schicht

Die freie Energie F einer homogen magnetisierten ferromagnetischen Schicht ist gegeben durch:

$$\frac{1}{V} F(\theta, \phi) = \frac{1}{2\mu_0} J_s^2 \cos^2 \theta + F_k(\theta, \phi) \quad (6)$$

wobei der erste Term die Formanisotropie, der zweite die kristalline Anisotropie -Oberflächen- und Spannungsanisotropien eingeschlossen- bedeuten. Im allgemeinen überwiegen bei oligatomaren Schichten, die auf einem unmagnetischen Substrat epitaktisch aufgewachsen sind, die Spannungsanisotropien -bedingt durch die pseudomorphe Wechselwirkung der Schicht mit dem Substrat und die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten- sowie die Oberflächenanisotropie [40]. Beide sind einachsige Anisotropien in Richtung der Schichtnormalen und in erster Näherung durch einen Energieterm $K_1 \cdot \cos^2 \theta$ gegeben. Um die in der Ebene liegenden, verhältnismäßig schwachen Anisotropien, die den Verlauf der Hystereseschleife bestimmen, mit einzubeziehen, wird ein Term $K_0(\phi)$ hinzugefügt, so daß die Kristallanisotropie angenähert durch:

$$F_k(\theta, \phi) = K_0(\phi) + K_1 \cdot \cos^2 \theta \quad (7)$$

wiedergegeben wird. Hierbei ist K_0 eine Funktion von ϕ , K_1 eine Konstante.

Die Gesamtanisotropiekonstante L und das Anisotropiefeld H_L werden definiert durch:

$$L \equiv \frac{1}{2\mu_0} J_s^2 + K_1 \quad (8)$$

und

$$H_L \equiv \frac{2L}{J_S} \quad (9)$$

Durch Einsetzen von (6) und (7) in (1) erhält man für die freie Enthalpie:

$$\frac{1}{V} G(\psi, \theta, \phi) = - J \cdot \vec{H} + L \cdot \cos^2 \theta + K_O(\phi) \quad (10)$$

Für $L > 0$ ist die Schicht spontan -d.h. ohne äußeres Feld- in der Ebene magnetisiert (leichte Ebene) und im magnetischen Gleichgewicht (G minimal) ist sie parallel zum magnetisierenden Feld orientiert. Für $L < 0$ ist die Schicht spontan in Richtung der Flächennormalen (leichte Achse) magnetisiert und die Schichtebene orientiert sich im magnetischen Gleichgewicht orthogonal zum Feld. Im Magnetometer ist die Orientierung der Schicht natürlich mechanisch durch die Probenhalterung vorgegeben. In der üblichen Betriebsart fällt diese Orientierung mit der magnetischen Gleichgewichtsorientierung zusammen. Dies nennen wir die normale Orientierung der Schicht zum Feld, in der die leichte Ebene bzw. die leichte Achse parallel zum magnetisierenden Feld steht: Die Schicht führt dann mit kleiner Amplitude Schwingungen um diese magnetische Gleichgewichtslage aus.

Bei oligatomaren Schichten kann das Vorzeichen von L temperaturabhängig sein oder eine Probe kann Schichtelemente sowohl mit $L > 0$ als auch $L < 0$ enthalten. In diesem Fall ist die Schicht orthogonal zur magnetischen Gleichgewichtslage orientiert. Dies bezeichnen wir als anomale Orientierung der Schicht, in der die leichte Ebene (bzw. leichte Achse) orthogonal zum magnetisierenden Feld gerichtet ist.

Wir behandeln zunächst die normale Orientierung, und hierbei den im allgemeinen auftretenden Fall $L > 0$. Da die Magnetisierung für $L > 0$ spontan in der Schichtebene liegt und die Schicht Schwingungen mit kleiner Amplitude ausführt, gilt:

$$\psi^* \equiv \frac{\pi}{2} - \psi \ll 1 \quad (11a)$$

$$\theta' \equiv \frac{\pi}{2} - \theta \ll 1 \quad (11b)$$

ϕ ist dann in guter Näherung konstant und die Gleichgewichtslage $\theta_0(\psi)$ kann aus (2) bestimmt werden:

$$\theta_0' = \frac{J_S H}{J_X H + 2L} \cdot \psi \quad (12)$$

Für das Richtmoment erhält man dann aus (4) in einer linearen Näherung:

$$R = \frac{2LV \cdot J_X V - (J_Y \cdot V)^2 \cdot H}{2LV + J_X V H} \cdot H \quad (13)$$

Experimentell gewinnt man $R(H)$ aus der Schwingungsdauer nach (5). Für Felder $H \ll H_L$ kann (13) in einer linearen Näherung geschrieben werden als:

$$\frac{R}{H} = J_X V - \frac{H}{H_L} \cdot J_S V \quad (14)$$

Diese Form kann zur Bestimmung der Hysterese $J_X(H)$ benutzt werden, falls H_L und J_S aus der Sättigung bekannt sind.

Für den Fall der gesättigten Schicht: $J_X = J_S$, $J_Y = 0$ vereinfacht sich (13) zu:

$$\frac{R}{H} = J_S V \cdot \left(1 + \frac{H}{H_L}\right)^{-1} \quad (15)$$

bzw.

$$R^{-1} = (J_S V)^{-1} \cdot H^{-1} + (2LV)^{-1} \quad (16)$$

Magnetisches Moment $J_S V$ und $2LV$ können bequem aus (16) als Steigung und Achsenabschnitt der linearen Beziehung $R^{-1}(H^{-1})$ gewonnen werden. $H_L = 2LV/J_S V$ erhält man also allein aus der magnetischen Messung, während man zur Bestimmung von J_S und L das Schichtvolumen V unabhängig davon bestimmen muß.

Im Fall $L < 0$ ist die normale Orientierung gegeben durch $\psi \ll 1$, $\theta \ll 1$. Die Gleichungen (14) bis (16) beschreiben auch diesen Fall, falls in ihnen L und H_L durch die entsprechenden Absolutwerte und in (14) J_X durch J_Z ersetzt wird. Gleichung (14) ist auch für eine inhomogen magnetisierte Schicht gültig - J_X kann dann als eine Komponente der mittleren Magnetisierung aufgefaßt werden- falls:

- a) die Drehmomente der verschiedenen Bereiche sich unabhängig voneinander überlagern,
- b) die Schicht homogen bezüglich J_s und L ist.

Bedingung a) ist für oligatomare Schichten in guter Näherung erfüllt, da die geringe Schichtdicke sowohl zu einer schwachen magnetostatischen als auch schwachen Austauschkopplung zwischen benachbarten Bereichen führt.

Die Homogenitätsforderung b) ist nicht immer erfüllt, vielmehr kommt es bei oligatomaren Schichten häufig vor, daß sowohl Komponenten, die spontan in der Ebene ($L > 0$) als auch Komponenten, die spontan in Richtung der Schichtnormalen ($L < 0$) magnetisiert sind, in einer Schicht auftreten [40,45,51]. Dann ist -unabhängig davon, wie die Schicht im Probenhalter angebracht ist- immer eine Komponente in der anomalen Orientierung, d.h. mit der leichten Achse (bzw. leichten Ebene) orthogonal zur Feldrichtung. Wie GRADMANN [49] gezeigt hat, erzeugt ein Schichtelement in anomaler Orientierung starke negative Richtmomente und Absorptionen durch Umklappprozesse, die beide in der Nähe von H_L resonanzartig ansteigen. Dieses Verhalten kann sich dem Verhalten des normal orientierten Schichtanteils -beschrieben durch Gl.(14) bis (16)- überlagern.

3.1.2. Paramagnetische Schicht

Für eine paramagnetische (bzw. superparamagnetische oder antiferromagnetische) Schicht werden die folgenden Voraussetzungen gemacht:

- a) Die Magnetisierung ist durch eine reversible Funktion

$$\vec{J} = \vec{J}(\vec{H}_i) \quad (17)$$

des inneren Feldes

$$\vec{H}_i = \vec{H} - \frac{1}{\mu_0} \vec{J}_\perp \quad (18)$$

gegeben, wobei $\vec{J}_\perp$ die Normalkomponente der Magnetisierung ist.

- b) $J \ll \mu_0 H$. Das bedeutet:

$$|\vec{H} - \vec{H}_i| \ll H \quad (19)$$

Wegen (17) ergibt sich für die freie Energie: $F = \int \vec{H} \cdot d\vec{J}$ und damit für die freie Enthalpie:

$$\frac{1}{V} G = - \int \vec{J} \cdot d\vec{H} \quad (20)$$

Es soll im folgenden der isotrope Paramagnet und der anisotrope Paramagnet in linearer Näherung betrachtet werden.

Die Magnetisierung $\vec{J}$ ist parallel zum inneren Feld $\vec{H}_i$. Man erhält aus (20)

$$\frac{1}{V} G = - \int_0^{\vec{H}_i} \vec{J} \cdot d\vec{H}_i - \int_0^{\vec{H} - \vec{H}_i} \vec{J} \cdot d(\vec{H} - \vec{H}_i)$$

und wegen (18)

$$\frac{1}{V} G = - \int_0^H J dH_i + (H - H_i) J - \frac{1}{2\mu_0} \cdot J_{\perp}^2 \quad (21)$$

Für den Betrag von $\vec{H}_i$ ergibt sich in linearer Näherung:

$$H_i = H - \frac{1}{\mu_0} \cdot J \cdot \cos\psi \cdot \cos\theta \quad (22)$$

Gl.(22) und $J_{\perp} = J \cdot \cos\theta$ in (21) eingesetzt, führt zu

$$\frac{1}{V} G = - \int_0^H J dH_i + \frac{1}{\mu_0} J^2 \cos\theta \cos\psi - \frac{1}{2\mu_0} J^2 \cos^2\theta$$

und da wegen (19) $\psi \approx \theta$ ist:

$$\frac{1}{V} G = - \int_0^H J dH_i + \frac{1}{2\mu_0} \cdot J^2 \cos^2\psi. \quad (23)$$

Da das Integral winkelunabhängig ist, erhält man nach (4) für das Richtmoment:

$$\begin{aligned} \frac{1}{V} \cdot R &= \frac{1}{\mu_0} J^2 (\sin^2\psi - \cos^2\psi) \\ &= \mu_0 \chi^2 H^2 (\sin^2\psi - \cos^2\psi). \end{aligned} \quad (24)$$

$\chi_{\parallel}$ sei die Suszeptibilität in der Ebene, $\chi_{\perp}$ die in Richtung

der Flächennormalen. Für die Magnetisierungskomponenten $J_{\parallel}$ und $J_{\perp}$ gilt:

$$J_{\parallel} = \mu_0 \chi_{\parallel} H_{i\parallel} = \mu_0 \chi_{\parallel} H_{\parallel} \quad (\text{da Entmagnetisierungsfaktor } N_x = 0) \quad (25a)$$

$$J_{\perp} = \mu_0 \chi_{\perp} H_{i\perp} = \mu_0 \frac{\chi_{\perp}}{1 + \chi_{\perp}} \cdot H_{\perp} \quad (\text{wegen (18)}) \quad (25b)$$

Aus (20) ergibt sich dann für die freie Enthalpie:

$$\frac{1}{V}G = - \frac{1}{2} \mu_0 \chi_{\parallel} H_{\parallel}^2 - \frac{1}{2} \mu_0 \frac{\chi_{\perp}}{1 + \chi_{\perp}} \cdot H_{\perp}^2$$

Mit $\chi_{\perp} \ll 1$ und $H_{\parallel} = H \cdot \sin \psi$, $H_{\perp} = H \cdot \cos \psi$ erhält man:

$$\frac{1}{V}G = \frac{\mu_0}{2} \cdot \chi_{\parallel} \cdot H^2 + \frac{\mu_0}{2} [\chi_{\perp}^2 + (\chi_{\parallel} - \chi_{\perp})] \cdot H^2 \cos^2 \psi \quad (26)$$

und für das Richtmoment:

$$\frac{1}{V}R = \mu_0 [\chi_{\perp}^2 + (\chi_{\parallel} - \chi_{\perp})] \cdot H^2 \cdot [\sin^2 \psi - \cos^2 \psi]. \quad (27)$$

Für das Richtmoment R , das aus der Messung unmittelbar zugänglich ist, gilt beim Ferromagneten $R = (J \cdot V) \cdot H$ für $H \ll H_L$. Für kleine Auslenkungen gilt dagegen beim isotropen Paramagneten:

$$R = \mu_0 \chi^2 H^2 V = (JV) \chi H$$

und beim anisotropen Paramagneten ($\chi_{\parallel} \gg \chi_{\perp}$):

$$R = \mu_0 \chi_{\parallel} H^2 V = (JV) \cdot H$$

Bei unserem Magnetometer werden die magnetischen Richtmomente durch die Anisotropien, speziell die Formanisotropie oder Streufeldenergie, erzeugt. Dadurch wird das Richtmoment R_p eines isotropen paramagnetischen Momentes $(JV)_p$ gegenüber dem Richtmoment R_F des ferromagnetischen Momentes $(JV)_F$ um den Faktor $\chi \ll 1$ abgeschwächt. Das TSM eignet sich also besonders für Untersuchungen ferromagnetischer Proben, da paramagnetische Stör-

effekte durch Probenhalterung etc. kaum zum Meßsignal beitragen, und ist damit Geräten gleicher Empfindlichkeit, die direkt das magnetische Moment bestimmen und zwischen Para- und Ferro-magneten nicht in dieser Weise differenzieren, überlegen.

3.1.3. Verhalten magnetischer Schichten im Torsionsschwingungs-magnetometer - schematisch

In Abb.4 wird das oben diskutierte Verhalten magnetischer Schichten im Torsionsschwingungsmagnetometer nochmals zusammengefaßt und schematisch dargestellt. Ist eine ferromagnetische Schicht normal orientiert (1a), d.h. $L > 0$ und Schichtebene parallel zum Feld oder $L < 0$ und Flächennormale parallel zum Feld, so erhält man aus der Auftragung von $\frac{1}{V} \cdot \frac{R}{H}(H)$ eine hystereseeähnliche Schleife, die jedoch nicht wie üblich in eine Sättigung einmündet, sondern zu hohen Feldern hin abfällt (vgl. Gl.(14)). Dieses Abbiegen wird durch das Anisotropiefeld H_L verursacht, da nur für $H \ll H_L$ die Näherung $\frac{1}{V} \cdot \frac{R}{H} \approx J_s$ gilt, sonst jedoch $\frac{1}{V} \cdot \frac{R}{H} = J(H) - H/H_L \cdot J_s$ im Hysteresebereich gilt. Extrapoliert man von hohen Feldern zu $H = 0$, so stellt der Achsenabschnitt $\frac{1}{V} \cdot \frac{R}{H} (H=0)$ eine erste Abschätzung für die Sättigungsmagnetisierung J_s dar.

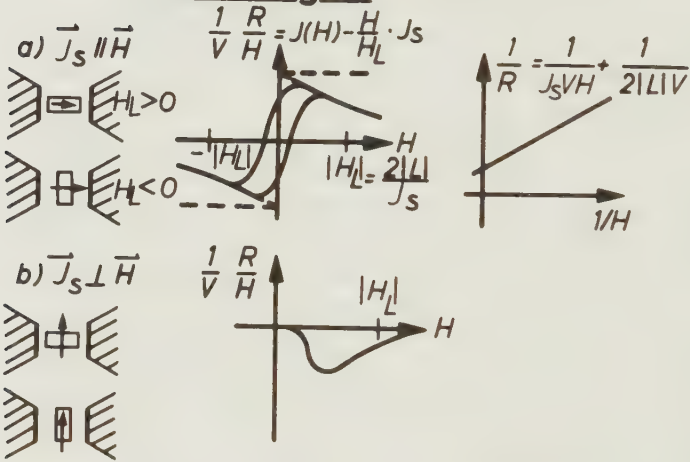
Zur korrekten Analyse der gesättigten ferromagnetischen Schicht wird der lineare Zusammenhang $R^{-1}(H^{-1})$ herangezogen, aus dem $J_s \cdot V$ und H_L nach Gl.(16) bestimmt werden können.

Im Fall der anomalen Orientierung (Abb.4,1b), d.h. $L > 0$ und Flächennormale parallel zum Feld oder $L < 0$ und Schichtebene parallel zum Feld, ergeben sich starke negative Richtmomente, die in der Nähe von H_L ihr Maximum haben.

Eine paramagnetische Schicht (Abb.4,2) liefert immer ein zu H^2 proportionales Richtmoment, bei zum Feld paralleler Orientierung ist $R > 0$, bei senkrechter Orientierung $R < 0$.

Magnetic Films in Torsion Pendulum Magnetometer

1) Ferromagnet



2) Paramagnet (Superparamagnet, Antiferromagnet)

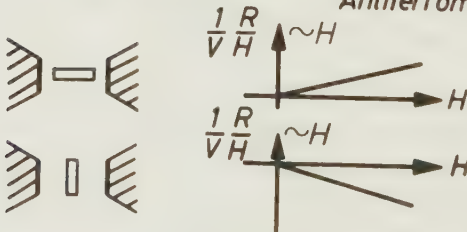


Abb.4 : Verhalten magnetischer Schichten im Torsionsschwingungs-
magnetometer (schematisch).

Sind in einer Probe magnetisch entkoppelte Schichtanteile mit unterschiedlichem magnetischem Verhalten koexistent, überlagern sich die jeweiligen Richtmomente additiv, so daß die Auswertung oft schwierig ist. Auf diese Problematik wird in einem späteren Abschnitt genauer eingegangen. Zunächst soll der reale Aufbau des Magnetometers beschrieben werden.

3.2. Das Torsionsschwingungsmagnetometer

3.2.1. Aufbau und Funktionsweise

Der Aufbau des schwingenden Systems und das Blockdiagramm der Meß- und Rückkopplungsanordnung ist in Abb.5 dargestellt. Die Proben (1), die auf einem Glimmersubstrat präpariert sind, haben in der Regel Abmessungen von $5 \times 6 \text{ mm}^2$ und werden in eine Proben-

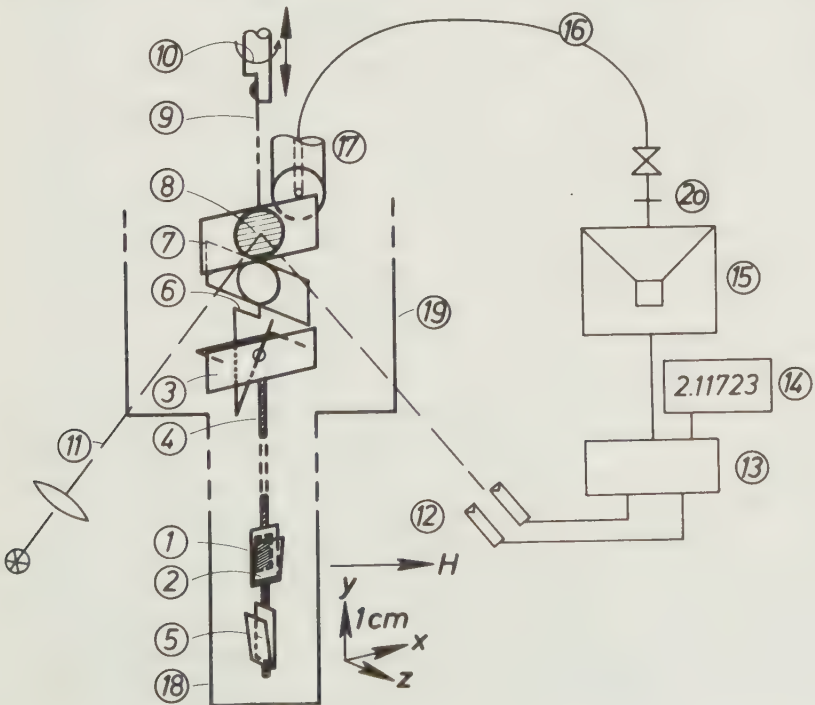


Abb.5 : Schwingendes System des Magnetometers

tasche (2) eingebracht, die durch zwei miteinander verschweißte Quarzplättchen der Dicke 0,1 mm entsteht. Diese Tasche ist Teil des Probenhalters, der sich aus einer Befestigungszunge (3) (Trovidur), einem Quarz-Stab (4) (0,8 mm Ø, 350 mm lang), der Probentasche (2) und der Kompensationsglimmertasche (5), die beide orthogonal zueinander am Stab angebracht sind, zusammensetzt. Da der Substratglimmer einen starken Paraeffekt zeigt, muß das dadurch entstehende Richtmoment durch ein weiteres orthogonal angeordnetes Glimmerstück gleicher Masse kompensiert werden. Der Probenhalter wird mit der Öse der Befestigungszunge in die Aufhängung eingehängt, die aus dem Haken (6) (W-Draht, 0,3 mm Ø) und zwei zueinander orthogonalen, 0,1 mm dicken Glasplättchen (7), die jeweils mit einem Spiegel (8) versehen sind, besteht. Die Anordnung der gekreuzten Spiegel dient dazu, Messungen in beiden Orientierungen (Schichtebene parallel und senkrecht zum Feld) durch einfaches Verdrehen des schwingenden Systems zu ermöglichen. Wie aus der Abb.5 zu ersehen ist, sind Probenhalter und Aufhängung bezüglich der vertikalen Drehachse fest miteinander verbunden, während sich der Probenhalter um die horizontale Achse frei bewegen kann und somit durch die Schwerkraft senkrecht gestellt wird. Die Aufhängung (6) bis (8) ist über den Torsionsfaden (9) -ein Quarzfaden ca. 20 µm Ø, 25 cm lang- mit dem Fadenträger (10), einem Metallstab (6 mm Ø), verbunden. Dieser kann in einem Goniometertisch in der durch die Pfeile angegebenen Weise verstellt werden. Die Masse des schwingenden Systems (Probenträger und Aufhängung) beträgt etwa 1,5 g, das Trägheitsmoment ca. 0,1 gcm². Die Schwingungsdauer T₀ im feldfreien Fall beträgt einige Sekunden; sie kann durch Austausch des Fadens leicht verändert werden. Die Schwingungsdauer wird durch ein opto-akusto-elektronisches Rückkopplungssystem stabilisiert und gemessen: Der schwingende Spiegel (8) reflektiert den Lichtstrahl (11). Läuft dieser über die Photozellen (12), gibt der Impulsgenerator (13) einen Impuls auf den Zähler (14), wodurch die Schwingungsdauer T gemessen wird. Gleichzeitig wird der Lautsprecher (15) erregt, der den elektrischen Impuls in

einen Druckstoß umsetzt. Dieser bläst über einen Schlauch (16) und die Düse (17) (1 mm $\varnothing$; 8 mm hinter dem Spiegel (8)) den schwingenden Glasflügel (7) an: T wird durch diese Rückkoppelung stabilisiert.

Abb.6 zeigt den realen Aufbau des Magnetometers. Das schwingende System befindet sich in einer vakuumdichten Hülle, gebildet aus dem Kryostaten (18) und dem Eisengehäuse (19), das gleichzeitig die Aufhängung vor magnetischen Streufeldern abschirmt. Der Wärmeaustausch zwischen Probe und Kryostat wird durch Helium-Kontakt-Gas bewirkt. Zum Gasaustausch wird der Innenraum über den KF-Stutzen (21) evakuiert und über ein Nadelventil (22) mit Heliumgas geflutet. Für diesen Fall ist das luftgefüllte Laut-

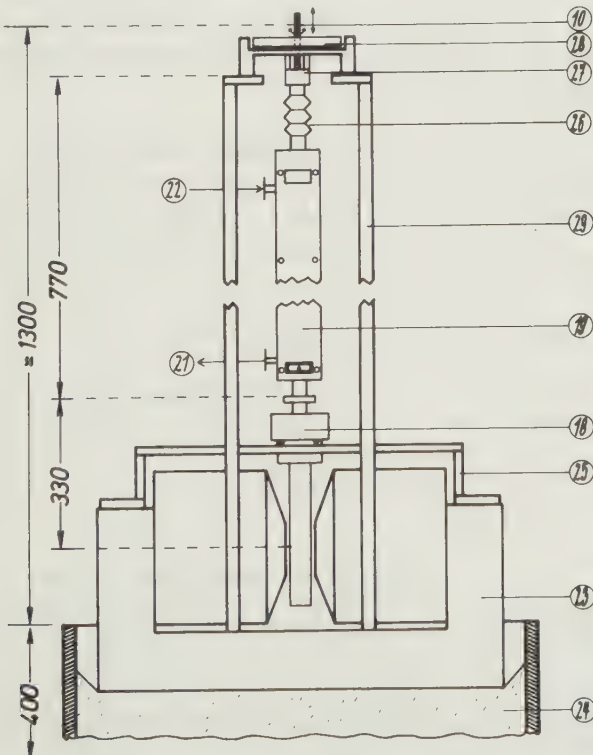


Abb.6 : Gesamtansicht des Magnetometers (Zahlenwerte in mm)

sprechergehäuse durch eine dünnwandige Membran (Abb.5, (20)) vom heliumgefüllten Innenraum getrennt.

Die Probe schwingt in dem homogenen Feld eines Elektromagneten (23) (Felder bis 1 T), das mit einer Hallsonde kontrolliert wird. Der Magnet ruht in einem mit Sand gefüllten Kasten (24), um das schwingende System vor störenden Erschütterungen zu schützen. Ein Bügel (25) auf dem Joch des Magneten trägt über eine 3-Punkt-Lagerung Kryostaten und Magnetometergehäuse. Ein dünnwandiger Gummischlauch (26) verbindet dieses über eine vakuumdichte Drehdurchführung (27) mit dem Goniometer-Tisch (28), der auf einem Dreibein (29) ruht, das auf der Grundplatte des Magneten befestigt ist. Das schwingende System, das am Fadenträger (10) angebracht ist, wird also durch den Gummischlauch vom Kryostaten mechanisch entkoppelt, so daß Vibrationen, die beim Durchpumpen des Kühlmittels auftreten, sich nicht auf die Stabilität der Schwingungsdauer auswirken können.

Zum Probenwechsel wird das schwingende System durch den Fadenträger aus dem Kryostaten gezogen und zur Entlastung des Torsionsfadens die Aufhängung von außen arretiert, so daß der Probenhalter nach Abnahme des Gehäusedeckels ausgehängt und herausgenommen werden kann.

3.2.2. Auflösungsvermögen

Die Auflösung des Magnetometers wird durch die Stabilität der Schwingungsdauer begrenzt. Für die Richtmomentauflösung ΔR folgt aus (5):

$$\Delta R = 2R \frac{\Delta T}{T} \quad (28)$$

wobei ΔT die Instabilität von T ist. Die Messung von T_0 und T für ein einzelnes Feld dauert weniger als 1 Minute, für ein Feldprogramm, um J_s und LV nach (16) bestimmen zu können, etwa 15 Minuten. Als die charakteristische Abweichung von T wird also die maximale Abweichung vom Mittelwert in 15 Minuten, ΔT_{15} , benutzt. Bei einer Schwingungsdauer von $T_0 = 5,5 \text{ sec}$ wurde

$\Delta T_{15} = 1 \cdot 10^{-4}$ s bestimmt. Man erhält eine Auflösung im Richtmoment von

$$\Delta R_{15} = 4,1 \cdot 10^{-13} \text{ Nm.}$$

Die Auflösung im magnetischen Moment ist, wie man zum Beispiel an Gl.(14) sehen kann, feldabhängig: Für $H \ll H_L$ erhält man aus (14) für die Auflösung im magnetischen Moment m im Feld H , bei einer Meßzeit von 15 Min.:

$$\Delta m_{15} = \frac{4,1 \cdot 10^{-13}}{H} \cdot \frac{A}{m} \cdot \text{Wbm}$$

und damit in einem typischen Feld von $2 \cdot 10^5 \frac{A}{m}$:

$$\Delta m_{15} = 2,0 \cdot 10^{-18} \text{ Wbm.}$$

Die Auflösung ist jedoch praktisch durch magnetische Verunreinigungen des Probenhalters (kleiner $1 \cdot 10^{-16}$ Wbm) begrenzt. Hierauf wird in einem späteren Abschnitt eingegangen.

Um ein erweitertes Feldprogramm in kürzerer Zeit durchführen zu können, wurde durch den Austausch des Torsionsfadens mit einer kürzeren Schwingungsdauer von $T_0 = 2,1$ s und damit einer verminderten Empfindlichkeit gearbeitet. Mit $\theta = 0,1 \text{ gcm}^2$ und bei einer gemessenen Abweichung $\Delta T_{15} = 3 \cdot 10^{-5}$ s ergibt sich

$$\Delta R_{15} = 2,8 \cdot 10^{-12} \text{ Nm}$$

und bei $H = 2 \cdot 10^5 \frac{A}{m}$,

$$\Delta m_{15} = 1,4 \cdot 10^{-17} \text{ Wbm}$$

ein Wert, der noch immer unterhalb der Verunreinigungsgrenze liegt.

3.2.3. Kryostat und Temperaturmessung

Das TSM ist mit einem modifiziertem Helium-Verdampferkryostaten VNK 3-600 der Firma Leybold-Heraeus ausgerüstet, der im Bereich von 3 K bis 600 K, bei Einsatz einer leistungsstärkeren Regelungseinheit bis 700 K betrieben werden kann. Der Innendurchmesser des Probenraumes beträgt ca. 22 mm. Um Wärmezufuhr durch Strahlung

und Strömungen im He-Kontakt-Gas zu minimalisieren, wurde der Probenraum oberhalb des Polschuhbereiches durch ein mit Blenden versehenes Kontrazitrohr auf einen Innendurchmesser von 10 mm verengt. Die Temperaturmessung ist durch 3 Meßfühler möglich:

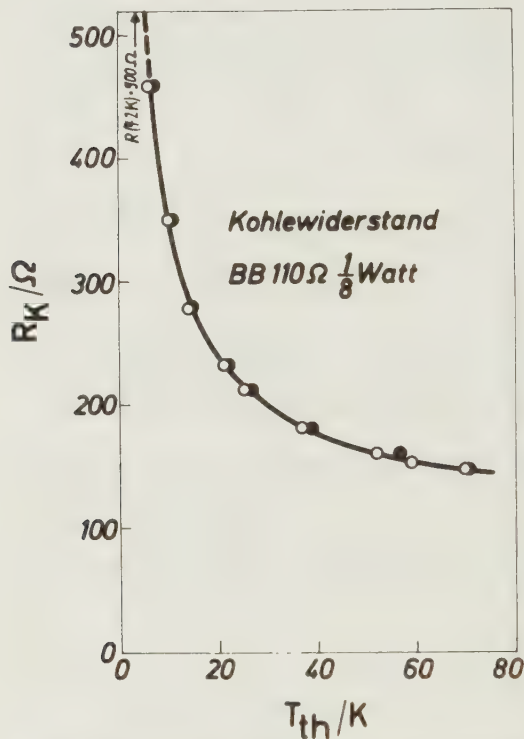


Abb.7 : Eichkurve des Kohlewiderstandes im Kryostaten.
 T_{th} ist die Temperatur am Ort der Probe, gemessen mit einem AuFe-Chromel-Thermoelement.

Einen Thermistor, einen Kohlewiderstand und einen Platinwiderstand, wobei für $T < 40$ K der Kohlewiderstand, für $T > 40$ K der Platinwiderstand benutzt wird. Die Thermofühlerkalibrierung wurde mit einem AuFe-Chromel-Thermoelement ($\varnothing$ der Thermodrähte 0,1 mm), das an einem Quarzstab an den Ort der Probe gebracht wurde, im He-Kontakt-Gas durchgeführt. Zuvor wurde das Thermoelement über die Eich-tabelle der Firma Degussa und die Siedepunkte von Helium (4,2 K), Stickstoff (77,4 K) und den Schmelzpunkt von Eis (273,2 K) geeicht. Die Messungen ergaben, daß die Einstellzeiten für den Temperaturengleich zwischen der Probe und dem Wärmeaustauscher des Kryostaten im gesamten Temperaturbe-

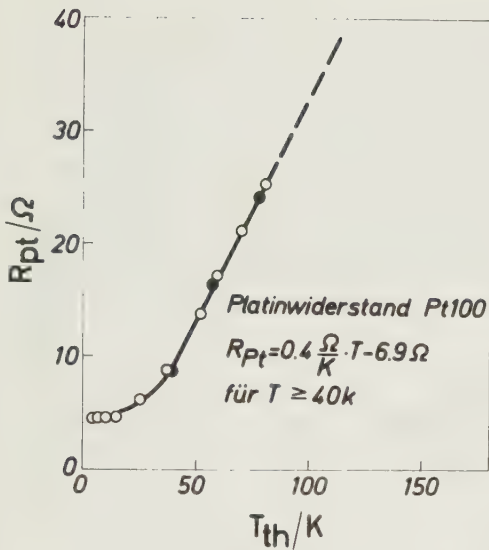


Abb.8 : Wie Abb.7, jedoch für den Platinwiderstand.

reich unterhalb 300 K kleiner sind als die Zeiten, die das elektronische Regelgerät zum Erreichen des Sollwertes benötigt. Die eingestellten Temperaturen entsprechen also den Proben Temperaturen. Für den Kohle- und den Platinwiderstand sind die Kalibrierkurven in Abb.7 und 8 wiedergegeben.

3.3. Magnetische Störeffekte

3.3.1. Der Probenhalter

Der Probenhalter besteht -vgl. Abb.5- aus einem Quarzstab, an dem eine -es handelt sich dann um ein Eintaschenprobenhalter (EP)- oder zwei -es handelt sich dann um ein Kreuztaschenprobenhalter (KP)- Taschen aus dünnen Quarzträgern angeschmolzen sind. Die Tasche kann aus zwei V-artig zueinander stehenden Trägern, wie in Abb.5 oder nur aus einem längeren, federndem Quarzplättchen bestehen, so daß die Probe zwischen Plättchen und Stab geklemmt wird. Die zweite Lösung hat den Vorteil, daß die Orthogonalität zwischen den Taschen bequemer und genauer eingestellt werden kann, außerdem die Säuberung gründlicher erfolgen

kann. Diese Reinigung geschieht in siedendem Königswasser.

Trotzdem läßt sich selbst mit größter Sorgfalt bei Bau und Reinigung des Probenhalters eine magnetische Verunreinigung nicht vermeiden, da es sich nicht nur um Oberflächen-Verunreinigungen, sondern auch um eingeschmolzene Staubteilchen oder um einen Volumeneffekt des Quarzglasses handeln kann. Abb.9 zeigt den Feldverlauf einer für die Probenhalter typischen Verunreinigung bei Raumtemperatur. $\frac{R}{H}$ ist im gesamten Feldbereich

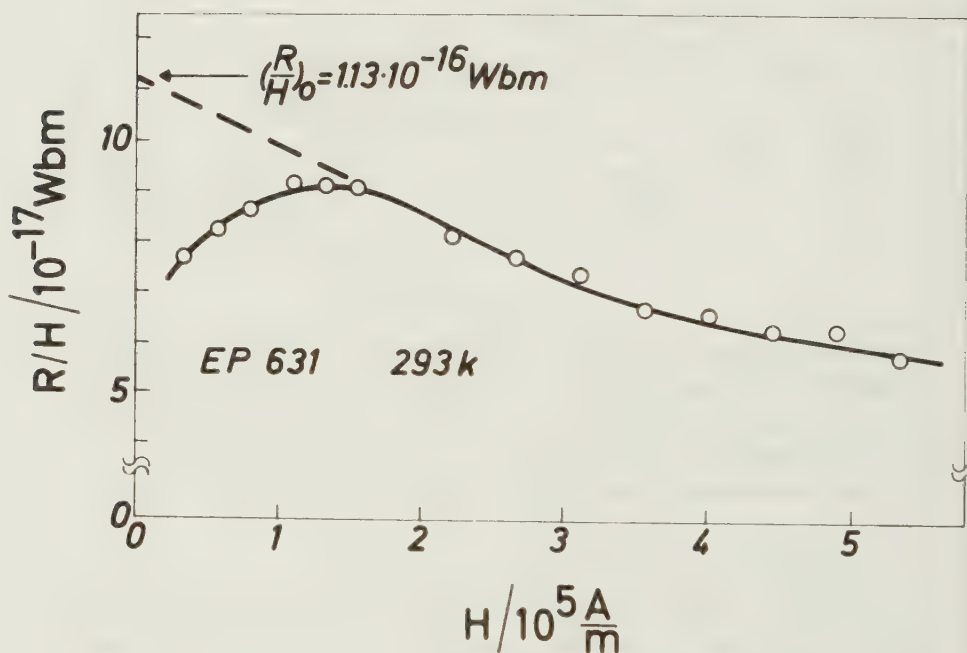


Abb.9 : Feldabhängigkeit des Verunreinigungsmomentes des leeren Probenhalters.

$< 1 \cdot 10^{-16} \text{ Wbm}$. Zur Charakterisierung des Probenhalters wird der auf $H = 0$ extrapolierte Wert $(\frac{R}{H})_0$ -der formal dem magnetischen Moment $J \cdot V$ entspricht- angegeben; $(\frac{R}{H})_0$ ist in Abb.10 als Funktion der Temperatur aufgetragen. Während bis 40 K $(\frac{R}{H})_0$ nur schwach zunimmt, erfolgt dann ein steiler Anstieg. Gleichzeitig ändert

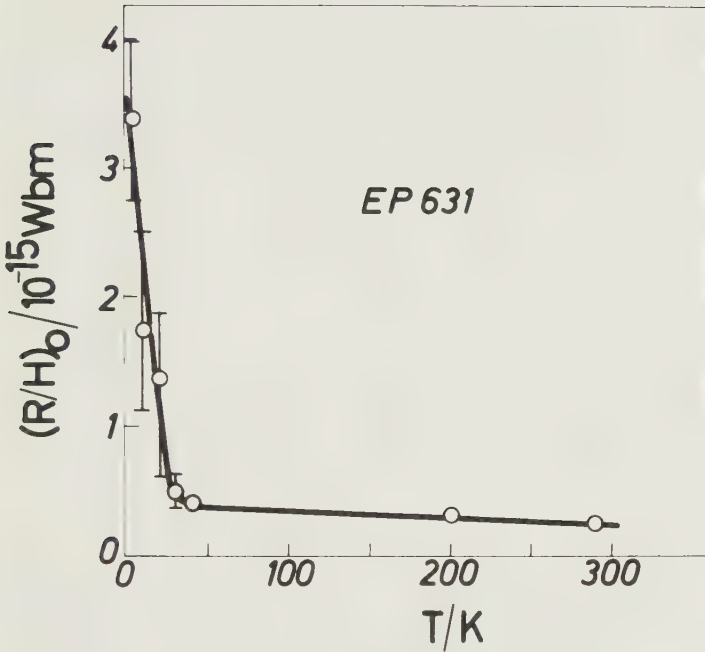


Abb.10 : Temperaturabhängigkeit der Probenhalterverunreinigung.

sich auch der Feldverlauf von $\frac{R}{H}(H)$ derart, daß bei hohen Feldern kein Abfall, sondern ein Anstieg von $\frac{R}{H}$ zu beobachten ist, ein Verhalten, das als paramagnetischer Beitrag des Quarz-glasses gedeutet werden kann.

3.3.2. Der Substratglimmer

Wie in Abschnitt 2 geschildert, sind die Eisen-Proben auf einem Glimmerträger präpariert worden. Der uns zur Verfügung stehende Glimmer ist bedauerlicherweise -wahrscheinlich durch gelöste paramagnetische Ionen- (super)paramagnetisch verunreinigt und liefert daher ein zu H^2 proportionales Richtmoment, wie nach Gl.(24) bzw. (27) zu erwarten ist. Die Proportionalität zwischen $\frac{R(H)}{H}$ und H ist in dem gesamten uns zur Verfügung stehenden Feld- und Temperaturbereich experimentell abgesichert; Abweichungen von der Linearität treten erst bei 5 K und Feldern größer $2 \cdot 10^5 \frac{\text{A}}{\text{m}}$

auf und betragen weniger als 10 % bei $4 \cdot 10^5 \frac{\text{A}}{\text{m}}$. Aufgrund unserer Messungen kann nicht entschieden werden, ob es sich um einen starken isotropen Paramagneten (Proportionalitätskonstante χ^2) oder um einen schwachen anisotropen Paramagnet (Proportionalitätskonstante $\chi_{\parallel}$) handelt (vgl. Gl.(24) und Gl.(27)). Daher wird die der Messung zugängliche Größe

$$\frac{R}{\mu_0 \cdot V_G \cdot H^2}$$

als effektive Suszeptibilität bezeichnet:

$$\chi_{\text{eff}} \equiv \frac{\rho_G \cdot R}{\mu_0 \cdot m_G \cdot H^2} \quad (29)$$

Für ρ_G wurde 3g/cm^3 angenommen, Literaturwerte für verschiedene Glimmersorten liegen zwischen 2,9 und $3,2\text{g/cm}^3$ [52]. Der Kehrwert $1/\chi_{\text{eff}}$ ist in Abb.11 als Funktion der Temperatur aufgetragen.

Da für das paramagnetische Richtmoment $R \sim (\sin^2\psi - \cos^2\psi)$ gilt, kann der Einfluß des Substratglimmer ($m \approx 1$ bis 2 mg) durch einen zu ihm orthogonal angeordneten Kompensationsglimmer derselben Masse kompensiert werden. Dieses Verfahren ist natürlicherweise mit einigen Fehlerquellen behaftet:

- 1) Die Masse des Substratglimmers wird durch Wägung der Probe und Subtraktion der aus der Schwingquarzdicke bestimmten Cu-Masse bestimmt. Hier addieren sich Meßfehler der Wägung (Ablesegenauigkeit $1\mu\text{g}$) und der Fehler in der Cu-Massenbestimmung, der bis zu 50 % betragen kann, was etwa $30\mu\text{g}$ entspricht.
- 2) Die Masse des Kompensationsglimmers ist ebenfalls -beliebig genaues Abschneiden vorausgesetzt- mit dem Wägefehler behaftet. Soll- und Ist-Wert der Masse können dadurch Abweichungen bis zu $10\mu\text{g}$ zeigen.
- 3) Abweichungen von der Orthogonalität der Probestaschen sind nicht zu vermeiden und führen ebenfalls zu unzureichender Kompensation. Die Abweichungen bei Probenhaltern mit 2-Plättchentaschen waren kleiner als $3,5^\circ$, die bei Probenhaltern mit Einplättchentaschen kleiner als 1° .

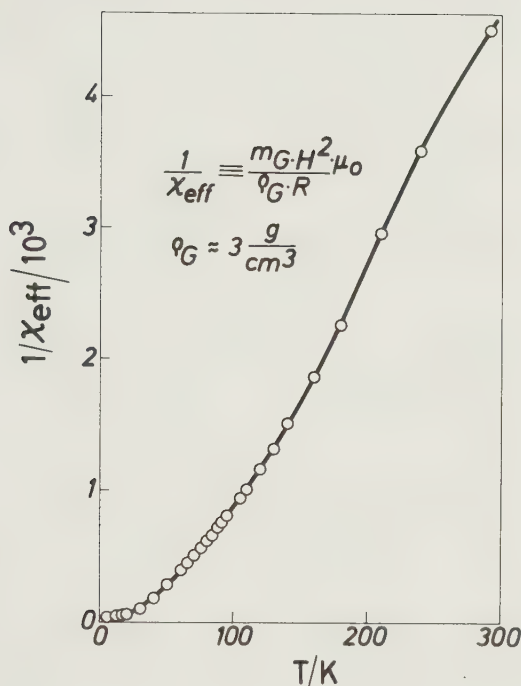


Abb.11 : Reziproke effektive Suszeptibilität des Glimmers als Funktion der Temperatur.

- 4) Die beiden Taschen sind übereinander angeordnet, so daß zwischen Probe und Kompensationsglimmer im ungünstigen Falle bis zu 5 mm Abstand auftreten können. Bei korrekter Justierung der Probenhalterung im Feld des Elektromagneten beträgt die Feldinhomogenität im benötigten Bereich von 2 cm nur $\frac{\Delta H}{H} = 0,4 \%$, bei falscher Höhe kann jedoch auch hierdurch eine mangelhafte Korrektur eintreten.

Sicherlich sind die Unsicherheit der Cu-Masse und die 10 μ g Soll-Wert/Ist-Wert Diskrepanz die gravierendsten Fehlerquellen. Problematisch ist zudem, daß es im allgemeinen nicht festgestellt werden kann, ob die Kompensationsglimmermasse zu groß oder zu klein ist.

Da die Glimmersuszeptibilität mit fallender Temperatur rasch zunimmt (Abb.11) scheidet die Glimmerkompensation für Messungen bis zu Heliumtemperaturen aus. Daher wurden die Proben, nachdem sie bei Raumtemperatur und 80 K mit Kompensationsglimmer magnetometrisch vermessen worden waren, einer Abzugstechnik unterworfen. Dazu wurde die Probe mit der Cu-Seite mittels eines Zweikomponentenklebers auf einem zuvor in Königswasser und Petroläther gereinigten 0,1 mm starken Glaträger aufgeklebt und der Glimmer in mehreren Schritten mit Tesafilm abgezogen, bis eine "Resthaut" von ca. 2 500 Å zurückblieb, was einer Masse von weniger als 20µg entspricht. Stimmt man Meßwerte mit Kompensationsglimmer und nach Abziehen des Glimmers bei Raumtemperatur im Rahmen der Meßgenauigkeit überein, wurde die Probe bis Heliumtemperatur vermessen. Dieser Restglimmer liefert natürlich bei tiefen Temperaturen auch einen Beitrag zum Richtmoment, der in der Größenordnung des ferromagnetischen Proben-Richtmomentes ist; allerdings ist das Vorzeichen der Störung eindeutig: in paralleler Orientierung addieren, in senkrechter Orientierung subtrahieren sich die glimmerbedingten Richtmomente. Zudem entfallen die übrigen oben für die Kompensationsmethode aufgeführten Fehlerquellen und es besteht daher die Möglichkeit, den Paraeffekt rechnerisch abzutrennen.

3.4. Das Auswerteverfahren

Bei einer ferromagnetischen Schicht wird das Sättigungsmoment J_S und das Anisotropiefeld H_L aus der Auftragung des reziproken Richtmomentes gegen das reziproke Feld $R^{-1}(H^{-1})$ aus der Steigung bzw. dem Achsenabschnitt nach Gl.(16) bestimmt. Abb.12 zeigt diese Auftragung für eine dicke Eischicht; die zu den Grenzen des vermessenen Bereiches gehörigen Feldwerte sind mit $1,6 \cdot 10^5 \frac{A}{m}$ und $6,7 \cdot 10^5 \frac{A}{m}$ (max. verfügbares Feld) angegeben, weiterhin sind die aus der Ausgleichsgeraden bestimmten Werte für J_S und H_L eingetragen. Die Linearität ist nur in der ferromagnetischen Sättigung erfüllt; für Felder $< H_{sätt}$ werden die gemessenen Richtmomente wegen $J(H) < J_S$ zu klein sein, d.h. die R^{-1} -Werte werden von der durch Gl.(16) gegebenen Geraden zu hohen Werten hin abbiegen. Die Felder, bei denen das Abweichen von der Linearität einsetzt, stimmen mit den Feldstärken, bei denen sich die

Hystereseschleife schließt (vgl. Abb.23 bis Abb.28) in etwa überein und liegen zwischen $1,5 \cdot 10^5 \frac{\text{A}}{\text{m}}$ bis $2,5 \cdot 10^5 \frac{\text{A}}{\text{m}}$.

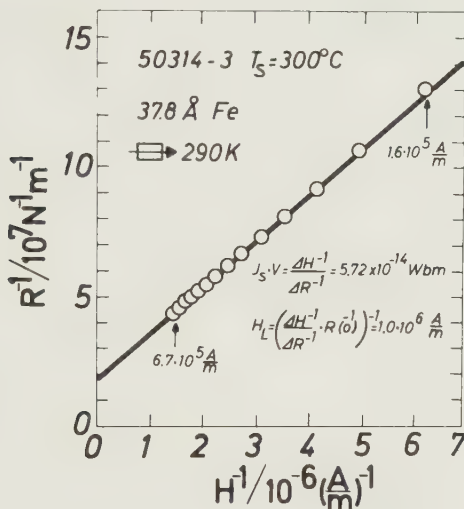


Abb.12 : $R^{-1}(H^{-1})$ -Auftragung einer ferromagnetischen Schicht.

Für die Schicht der Abb.12 sind in Abb.13 die gemessenen $\frac{R}{H}$ -Werte gegen H (dick ausgezogene Linie) sowie der mit den aus der R^{-1} -Auswertung ermittelten Werten für $J_s V$ und H_L nach Gl.(15) berechnete $\frac{R}{H}(H)$ -Verlauf (dünn ausgezogene Linie) aufgetragen. Für $H > 2 \cdot 10^5 \frac{\text{A}}{\text{m}}$ fallen die Kurvenzüge zusammen, für kleine Felder weichen die gemessenen Werte erheblich von der Sättigungshyperbel, die die $\frac{R}{H}$ -Achse in $J_s V = 5,72 \cdot 10^{-14} \text{ Wbm}$ schneidet, ab. Wird aus dem gemessenen Kurvenzug von hohen Feldern auf $H = 0$ extrapoliert (gestrichelte Gerade), so erhält man einen um 6 % zu kleinen Wert $J_s V$: $5,38 \cdot 10^{-14} \text{ Wbm}$. Versucht man in analoger Weise auf H_L zu extrapolieren, so ergibt sich ein um den Faktor 2 zu hoher Wert. Aus der Extrapolation der $\frac{R}{H}(H)$ -Kurve kann also eine untere Grenze für $J_s V$, für H_L dagegen nur die Größenordnung angegeben werden.

Ist dem ferromagnetischen Richtmoment noch ein paramagnetischer Beitrag des Glimmers überlagert, so wird bei niedrigen H^{-1} -Werten

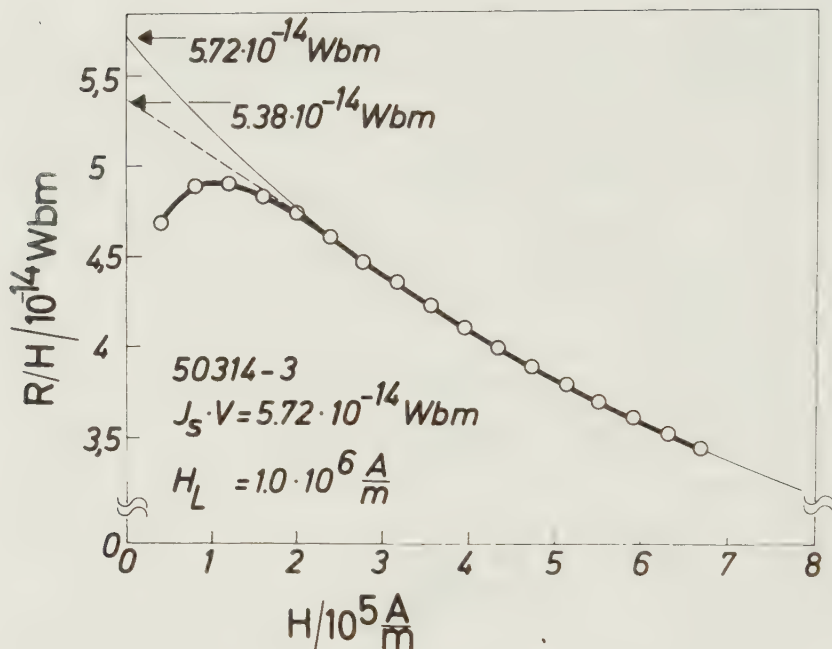


Abb.13 : $\frac{R}{H}(H)$ -Auftragung der Schicht aus Abb.12.

in der $R^{-1}(H^{-1})$ -Auftragung ein Abweichen von der Geraden zu größeren oder kleineren Werten erfolgen, je nachdem, ob die Kompensationsglimmermasse bei Schichten mit $L > 0$ zu groß oder zu klein bzw. bei Schichten mit $L < 0$ zu klein oder zu groß ist. Da die Heliummessungen alle an glimmerabgezogenen Proben (gaz-Proben), bei denen die Verhältnisse übersichtlicher sind, durchgeführt wurden, wird die Diskussion des paramagnetischen Glimmereffekts im folgenden auf diese beschränkt. Durch den Restglimmer wird bei diesen Proben bei normaler Orientierung im Fall $L > 0$ R^{-1} zu kleineren, im Fall $L < 0$ R^{-1} zu großen Werten hin von der Geraden abweichen. Gibt es in der $R^{-1}(H^{-1})$ -Auftragung keine Ausgleichsgerade durch statistisch verteilte Meßpunkte, sondern bei kleinen H^{-1} -Werten systematische Abweichungen, so ist weder eine korrekte Auswertung noch eine Abschätzung des Fehlers möglich.

Eine Abschätzung des magnetischen Momentes $m = J_S V$ kann dann zunächst aus der $\frac{R}{H}(H)$ -Auftragung gewonnen werden -vgl. die schematische Darstellung in Abb.14- bei der der paramagnetische Einfluß leichter zu übersehen ist. Die stark ausgezogene Kurve sei der $\frac{R}{H}$ -Verlauf einer rein ferromagnetischen Schicht. Die gestrichelte Fortsetzung der Sättigungshyperbel führt zu $J_S V$. Für $L > 0$ wird sich ein paramagnetischer Beitrag $\frac{R}{H} \sim H$ hinzuaddieren, der abhängig von Temperatur oder Glimmermasse verschieden stark ausfallen kann. Der aus 1, 2 oder 3 extrapolierte Wert $(\frac{R}{H})_0$ wird jedoch immer zwischen $J_S V$ und der remanenten Magnetisierung

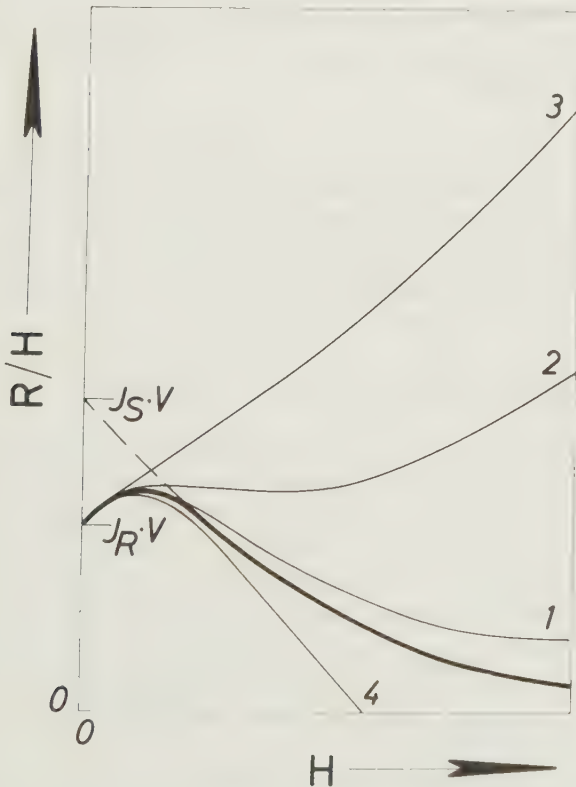


Abb.14 : Einfluß des Glimmers auf das extrapolierte ferromagnetische Moment.

liegen:

$$J_R V < \left(\frac{R}{H}\right)_0 < J_S V$$

Aus den gemessenen Hysteresen (vgl. Abschnitt 4.1.4.) kann die remanente Magnetisierung und damit die untere Grenze für das ferromagnetische Moment angegeben werden. Bei tiefen Temperaturen, bei denen der Paraeffekt relevant wird, gilt bei flächenhaften Schichten $J_R/J_S \approx 0,5$, bei Inselschichten $J_R/J_S \approx 0,84$. Das magnetische Moment kann bei paramagnetischer Überlagerung maximal um 50 % bei flächenhaften und um ca. 15 % bei Inselschichten unterschätzt werden. Eine Überschätzung des magnetischen Momentes ist nur bei normaler Orientierung und $L < 0$ möglich (Abb.14,4), wo auch bei hohen Feldern negative Richtmomente auftreten können.

Für H_L kann bei obigem Verfahren nicht einmal mehr eine Abschätzung angegeben werden. Um eine Information über H_L zu bekommen und da eine korrekte Bestimmung von $J_S V$ nur aus der Steigung der $R^{-1}(H^{-1})$ -Geraden möglich ist, wurde mit verschiedenen Methoden versucht, den Paraeffekt rechnerisch abzutrennen. Ausgangspunkt aller Verfahren ist der Ansatz:

$$\left(\frac{R}{H}\right)_{\text{Mess}} = \left(\frac{R}{H}\right)_{\text{Ferro}} + \left(\frac{R}{H}\right)_{\text{Para}} = \left(\frac{R}{H}\right)_{\text{Ferro}} + \chi_{\text{eff}}^{\text{VH}} \quad (30)$$

Für tiefste Temperaturen ($T \leq 10$ K) und hohe Feldstärken wird der Anstieg von $\frac{R}{H}$ nur noch durch den Paraeffekt bestimmt, speziell bei den flächenhaften Schichten, bei denen mit $T \rightarrow 0$ auch $H_L \rightarrow 0$ geht (vgl. auch Abb.14,4), aus ihm kann also $\chi_{\text{eff}} \cdot V$ erhalten und über die Temperaturabhängigkeit $\chi_{\text{eff}}(T)$ (vgl. Abb. 11) für alle Temperaturen bestimmt werden. Aus Gl.(30) erhält man $\left(\frac{R}{H}\right)_{\text{Ferro}}$ und damit R_{Ferro}^{-1} . Die Auftragung von $R_{\text{Ferro}}^{-1}(H^{-1})$ liefert dann im allgemeinen auch für hohe Feldwerte vernünftige Geraden, so daß $J_S V$ und H_L bestimmt werden können.

Ein anderes Auswerteverfahren arbeitet iterativ. In der $R^{-1}(H^{-1})$ -Auftragung der gemessenen Werte wird durch den dem Feldwert $2,5 \cdot 10^5 \frac{\text{A}}{\text{m}}$ entsprechenden Meßpunkt die flachste Tangente an die Meßpunkte gelegt. Aus der Abweichung von den Meßpunkten bei

hohen Feldern wird die Korrektur bestimmt und die damit korrigierten R^{-1} -Werte gegen H^{-1} aufgetragen und das geschilderte Verfahren wiederholt, bis die Abweichungen und damit die jeweils bestimmten $J_S V$ und H_L -Werte konvergieren.

4. Meßergebnisse

4.1. Magnetometrische Ergebnisse

Insgesamt wurden über 50 γ -Fe-Schichten aus verschiedenen Präparationsserien magnetometrisch untersucht, die zum Teil bereits Gegenstand zweier Tagungsvorträge [53,54] waren. Bei den Proben dieser Präparationen konnte oft die Schichtdicke nicht genügend präzisiert werden. Die im folgenden dargestellten Ergebnisse beziehen sich daher fast ausnahmslos auf die 35 γ -Fe-Schichten, die bei den in [41,42,51] angegebenen 14 Präparationsserien entstanden sind. Von diesen Proben sind 14 flächenhafte ($p_0=1$), der Rest Inselschichten ($p_0<1$)¹⁾. Mit Ausnahme der dünnsten (1,6 Å) wurden alle Schichten magnetometrisch vermessen.

4.1.1. Magnetischer Ordnungszustand

Eine gesättigte ferromagnetische Schicht liefert -wie in Abschnitt 3.3. gezeigt wurde- für $R^{-1}(H^{-1})$ eine Gerade. Die Abb.15 zeigt als Beispiel eine ca. 3-lagige (1 Lage $\hat{=} 2,06$ Å), flächenhafte γ -Fe-Schicht, bei der die Linearität im Bereich von $2 \cdot 10^5 \frac{\text{Å}}{\text{m}}$ (Sättigungsfeldstärke) bis zu $4,8 \cdot 10^5 \frac{\text{Å}}{\text{m}}$ (maximal erreichbare Feldstärke) besteht. Im allgemeinen ist die Linearität im gesamten gemessenen Temperaturbereich erfüllt; bei einigen Proben war dies jedoch bei tiefen Temperaturen nicht mehr gewährleistet. Ursachen hierfür können das Umklappen der Magnetisierung von Schichtanteilen (hierauf wird später eingegangen) oder auch paramagnetische Störungen durch Substratglimmer und Probenhalterung sein. Alle Proben, bei denen die $R^{-1}(H^{-1})$ -Linearität jedoch zumindest bei Raumtemperatur erfüllt war, werden als ferromagnetisch bezeichnet.

1) Der Wachstumsparameter p_0 stellt eigentlich eine Kenngröße der gesamten Präparationsserie dar (die anfängliche Bedeckung). Da bei flächenhaften Schichten jedoch immer $p_0 = p(d) = 1$ gilt und bei Inselschichten die Bedeckung mit zunehmender Massenbelegung nur unbedeutend zunimmt, wird p_0 zur Charakterisierung der Einzelschicht verwendet.

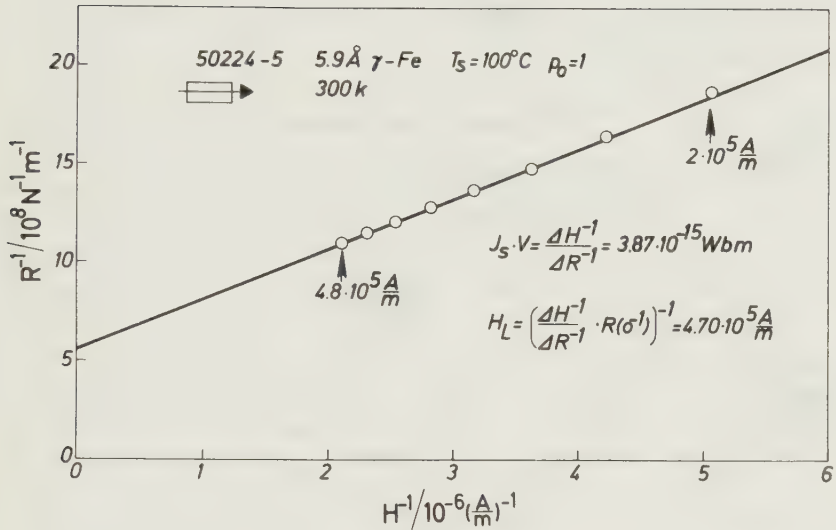


Abb.15 : Ferromagnetische γ-Fe-Schicht (3 Lagen).

Die Linearität der $R^{-1}(H^{-1})$ -Auftragung ist bis zum maximal verfügbaren Feld ($5 \cdot 10^{-5} \frac{\text{A}}{\text{m}}$) erfüllt.

Bei einer Reihe von Proben war selbst bei Raumtemperatur die $R^{-1}(H^{-1})$ -Linearität nicht erfüllt; in diesem Fall wurde die Auswertung durch die Auftragung $\frac{R}{H}(H)$ vorgenommen. Der obere Teil von Abb.16 zeigt diese Auftragung bei einer Schicht, deren $R^{-1}(H^{-1})$ -Auftragung nicht linear war. Bei niedrigen Feldern steigt die $\frac{R}{H}$ -Kurve zunächst an (Hysterese), erreicht ein Maximum und fällt dann ab, um bei hohen Feldern in einen konstanten Wert einzumünden, statt, wie für eine ferromagnetische Schicht aufgrund der Anisotropien erwartet wird, asymptotisch gegen Null zu gehen. Die Extrapolation auf $H = 0$ liefert jedoch einen Wert $(\frac{R}{H})_0 = 2,84 \cdot 10^{-15} \text{ Wbm}$, der eine untere Grenze für das magnetische Moment dieser Probe darstellt (vgl. Abschnitt 3.4.). Da dieser Wert um mehr als eine Größenordnung über dem Effekt der leeren Probenhalterung liegt, muß das magnetische Moment eine Eigenschaft der Schicht sein. Vermutlich ist die Abweichung von ideal-ferromagnetischen Verhalten durch das paramagnetische

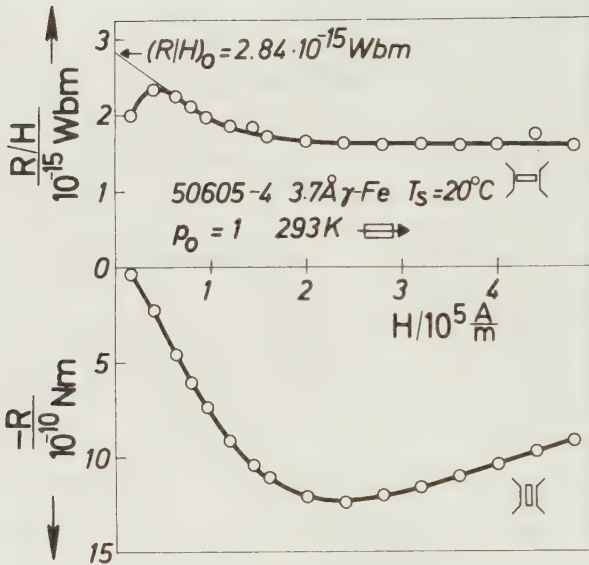


Abb.16 : Quasiferromagnetische γ -Fe-Schicht:

Oben: Schicht in normaler Orientierung zum Feld

Unten: Schicht in anormaler Orientierung zum Feld.

Richtmoment des Substratglimmers verursacht. Bei Raumtemperatur unterscheidet sich das Richtmoment von 2 Lagen γ -Fe bei einem Feld von $4 \cdot 10^5 \frac{\text{A}}{\text{m}}$ um weniger als eine Größenordnung vom Richtmoment einer leichtmöglichen Glimmerfehlkompensation von $20 \mu\text{g}$. Eine Aussage über H_L kann, da die paramagnetische Störung sich verstärkt bei hohen Feldern bemerkbar macht, aus der $\frac{R}{H}(H)$ -Auftragung nicht gewonnen werden.

Bringt man diese Schicht, die spontan in der Ebene magnetisiert ist, in anomaler Orientierung in das äußere Feld, so treten starke negative Richtmomente auf (unterer Teil von Abb.16), die bei $2,5 \cdot 10^5 \frac{\text{A}}{\text{m}}$ ($< H_L$) ihr Maximum erreichen. Diese Umklappresonanzen sind ein weiteres Argument dafür, daß es sich bei dem magnetischen Moment der Probe um ein Moment der Fe-Schicht handelt, da bei magnetischen Störeffekten des Pendels diese Resonanzen nicht auftreten. Schichten, die das durch Abb.16

illustrierte Verhalten zeigen, werden als quasi-ferromagnetisch bezeichnet. Das bei diesen Proben bestimmte magnetische Moment -und damit die hieraus errechnete Magnetisierung- müssen als untere Grenze für den wahren Wert angesehen werden (vgl. Abschnitt 3.4.).

Es sei betont, daß die Unterscheidung in ferro- und quasi-ferromagnetische Proben eine rein phänomenologische ist, der das Kriterium einer korrekten $R^{-1}(H^{-1})$ -Analyse zugrunde liegt. Dies bedeutet nicht, daß es sich um verschiedene Formen der magnetischen Ordnung in γ -Fe handelt. Die Nichtdurchführbarkeit der $R^{-1}(H^{-1})$ -Analyse tritt nur bei den dünnsten Schichten im Monolagenbereich auf, bei denen das magnetische Moment sehr klein ist. Der Quasi-Ferromagnetismus resultiert also vermutlich aus den Störungen durch Substratglimmer und Verunreinigungen.

4.1.2. Magnetisierung und Anisotropiefeld bei flächenhaften Schichten

Im Torsionsschwingungsmagnetometer wurde die Temperaturabhängigkeit des magnetischen Schicht-Momentes $J_s V(T)$ bestimmt. Bei Kenntnis von Probenfläche (i.a. $0,24 \text{ cm}^2$) und der Schichtdicke erhält man hieraus den Magnetisierungsverlauf $J_s(T)$ und durch Extrapolation zu 0 K die Magnetisierung am absoluten Nullpunkt $J_s(0 \text{ K})$ sowie durch Extrapolation zu $J_s = 0$ die schichtdickenabhängige Curietemperatur $T_c(d)$.

Abb.17 zeigt $J_s(T)$ für die Schicht mit der größten bei flächenhaftem γ -Fe beobachteten Schichtdicke ($8,4 \text{ \AA}$). Die Magnetisierung liegt spontan in der Schichtebene ($H_L > 0$), mit fallender Temperatur erreicht J_s den Wert $0,60 \pm 0,025 \text{ Wb/m}^2$. Aus den Messungen zu hohen Temperaturen, die leider trotz einer reduzierenden H_2 -Schutzgasatmosphäre nur bis 500 K reversibel waren, kann ein Wert für $T_c(d)$ von $600 \pm 90 \text{ K}$ extrapoliert werden. Das Anisotropiefeld H_L nimmt mit fallender Temperatur ebenfalls ab, ein Verhalten, wie es auch bei oligatomaren NiFe-Filmen [55,56] beobachtet wird, bei denen eine Néelsche Oberflächenanisotropie nachgewiesen werden konnte. Der bei 50 K auftretende Knick mag

durch paramagnetische Störungen, die sich besonders auf das aus dem Achsenabschnitt der $R^{-1}(H^{-1})$ -Geraden gewonnene H_L auswirken, bedingt sein.

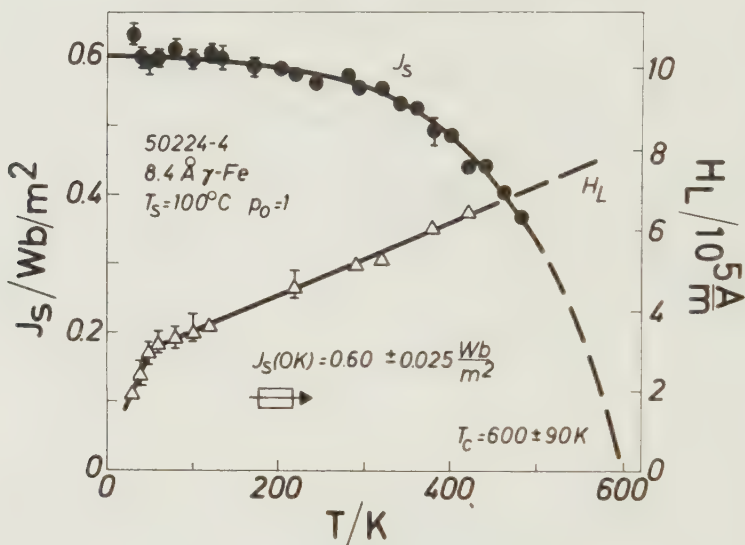


Abb.17 : Flächenhafte γ -Fe-Schicht mit $H_L > 0$:

J_s (Kreise) und H_L (Dreiecke) in Abhängigkeit von der Temperatur.

Andere flächenhafte Schichten waren im gesamten Temperaturbereich spontan senkrecht zur Schichtebene magnetisiert ($H_L < 0$). Abb.18 zeigt eine solche Schicht mit fast linearer Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung und einer stark erniedrigten Curie-Temperatur. Auch dies entspricht dem der Oberflächenanisotropie zugeschriebenen Verhalten der FeNi-Schichten.

Da in der Präparationsserie 40212 nur Schichten mit sehr kleiner Probenfläche ($\approx 0,18 \text{ cm}^2$) und ungenügend bestimmter Schichtdicke vorliegen, kann die Magnetisierung nur abgeschätzt werden, sie liegt jedoch in der Größenordnung der Werte bei anderen Proben. Der geringe Meßeffect und vorhandene paramagnetische Komponenten erlaubten nur eine $\frac{R}{H}(H)$ -Auswertung; eine Aussage über H_L ist also nicht möglich.

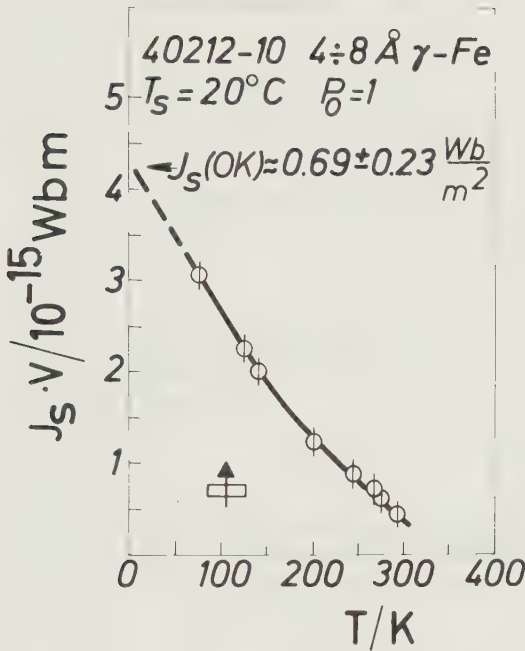


Abb.18 : Flächenhafte γ -Fe-Schicht mit $H_L < 0$:

Magnetisches Moment in Abhängigkeit von der Temperatur.

Die extrapolierte Magnetisierung $J_s(0 \text{ K})$ ist eingetragen.

Ein Großteil der Schichten verhält sich jedoch nicht wie die obigen Fälle mit $H_L \geq 0$, die in normaler Orientierung zum Feld eine spontane Magnetisierung und in dazu senkrechter, d.h. anomaler Orientierung, Umklappresonanzen zeigen, sondern weisen in Abhängigkeit von der Temperatur beide Orientierungen der spontanen Magnetisierung auf. Sie sind bei hohen Temperaturen spontan in der Ebene, bei tiefen Temperaturen in Richtung der Schichtnormalen magnetisiert. Abb.19 zeigt eine solche Schicht mit 3,7 Å Dicke, die bei Raumtemperatur in der Ebene magnetisiert ist. Das Anisotropiefeld H_L nimmt mit fallender Temperatur ab; weiteren linearen Verlauf vorausgesetzt, kehrt sich bei ca. 120 K das Vorzeichen von H_L um, die Magnetisierung sollte bei dieser Temperatur in die andere Orientierung umklappen. Dies ist nicht der Fall, der Übergang in die andere Orientierung ist

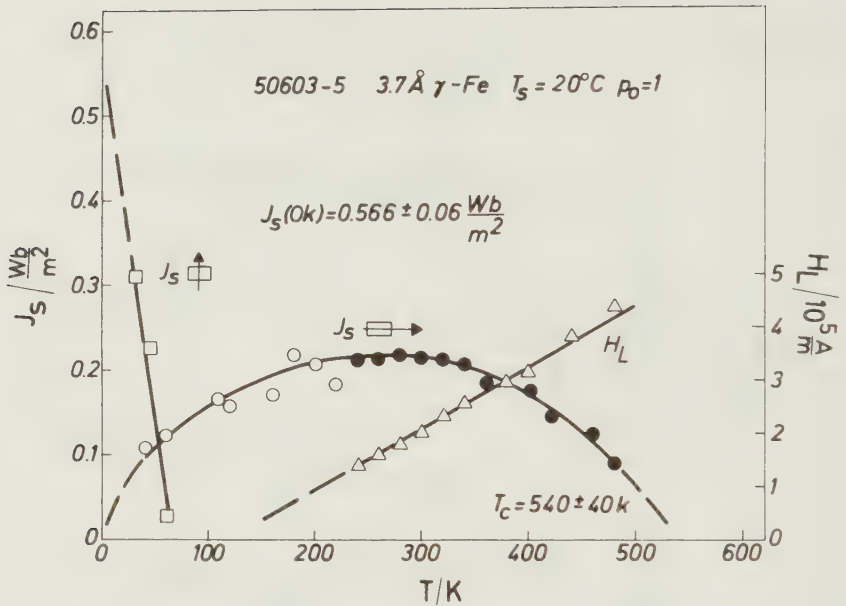


Abb.19 : Flächenhafte 3,7 Å γ -Fe-Schicht:

Bei hohen Temperaturen ist die Schicht in der Ebene magnetisiert (Kreise), bei tiefen senkrecht dazu (Quadrate).

Der Verlauf von H_L ist ebenfalls eingetragen (Dreiecke). vielmehr über einen breiten Temperaturbereich verschmiert. Dies ist vermutlich auf mikroskopische Schwankungen von H_L , bedingt durch strukturelle Inhomogenitäten, zurückzuführen. Bei tiefen Temperaturen bildet sich die senkrechte Magnetisierung aus, bis schließlich die gesamte Schicht in dieser Richtung magnetisiert ist. Für $J_s(0 \text{ K})$ kann ein Wert von $0,566 \text{ Wb/m}^2$ extrapoliert werden.

Bei einer dünneren Schicht von 3,0 Å treten ebenfalls temperaturabhängig beide Magnetisierungsrichtungen auf (Abb.20). Das Umklappen der Magnetisierung ist jedoch gegenüber der 3,7 Å-Schicht zu höheren Temperaturen verschoben, auch dies läßt die Existenz einer Oberflächenanisotropie, die sich bei dünneren

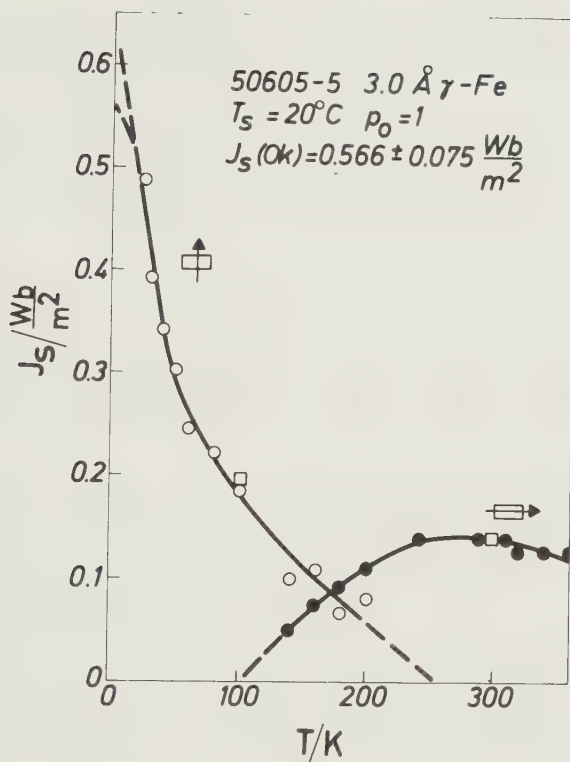


Abb.20 : Flächenhafte 3,0 Å γ -Fe-Schicht:

Temperaturabhängig existieren beide Magnetisierungsorientierungen (Kreise). Zwei Meßwerte mit Kompensationsglimmer sind ebenfalls eingetragen (Quadrate).

Schichtbereichen verstärkt auswirkt, vermuten. Eine Realschicht ist nicht eine Platte mit homogener Dicke, sondern die Quarzschichtdicke stellt trotz Flächenhaftigkeit der oligatomaren Schicht nur eine mittlere Massenbelegung dar; die mikroskopische Dicke wird sicher lokale Schwankungen aufweisen. Über die Stärke der magnetischen Kopplung zwischen diesen Bereichen kann keine Aussage gemacht werden. Sicher wird jedoch hierdurch und durch andere Strukturdefekte eine räumliche Streuung des Anisotropiefeldes erzeugt werden können, die zu dem gerade geschilderten

Temperaturverhalten der Magnetisierung führt. Da die γ -Phase nur in einem sehr begrenzten Dickenbereich flächenhaft aufwächst ($d_{\max} \approx 9 \text{ \AA}$) ist es plausibel, daß ein Großteil der Proben das komplizierte Verhalten der koexistenten Magnetisierungs-Orientierungen aufweist. Bei einigen dieser Schichten war es wegen dieses Verhaltens nicht möglich einen präzisen Wert für die Nullpunktmagnetisierung zu extrapolieren (vgl. Abschnitt 4.3.).

In Abb.20 sind Messungen mit Kompensationsglimmer für beide Orientierungen der Magnetisierung als Quadrate eingetragen. Sie stimmen mit den Messungen, die nach Abziehen des Substratglimmers durchgeführt wurden (Kreise), gut überein, wie bereits in Abschnitt 3.3. berichtet wurde.

Es wurden an einigen Proben Hochtemperaturmessungen zur Curiepunktsbestimmung durchgeführt. Schwierigkeiten traten hierbei auf durch die geringen Meßeffekte, die durch den bei Temperaturen um 300 K nur schwach temperaturabhängigen Störuntergrund überlagert wurden, sowie durch die Tatsache, daß reversible Messungen nur in dem begrenzten Temperaturbereich bis 500 K möglich waren. Die irreversible Abnahme der Magnetisierung für $T > 500 \text{ K}$ kann sowohl durch Korrosion der Schichten aufgrund des Restgehaltes an O_2 des verwendeten H_2 -Schutzgases oder durch verstärkte Korn-grenzendiffusion des Eisens in die Cu-Deckschicht verursacht sein. An drei Proben wurde eine Curietemperatur bestimmt; die Werte sind in Tabelle 4.1. zusammengestellt.

Probennr.	p_o	$\frac{D}{\text{Lagen}}$	$\frac{T_c}{K}$
50224-4	1	4,08	600 ± 90
50224-5	1	2,86	520 ± 30
50603-5	1	1,80	540 ± 40

Tab.4.1.: Curie-Temperaturen ($\hat{=} 2,06 \text{ \AA}$)

Die aufgrund verschiedener Theorien (vgl. z.B. [57]) erwartete Abnahme von T_c mit sinkender Schichtdicke ist nur grob erfüllt. Dies ist allerdings nicht verwunderlich, da die Schichtdicken-

Angabe nichts über die Verteilung der mikroskopischen Dicken innerhalb der Probe aussagt und die extrapolierte Temperatur T_C einen nicht näher definierten Mittelwert der Curietemperaturen der einzelnen Schichtbereiche darstellt. Es soll dennoch eine Abschätzung der Curie-Temperatur des "massiven" γ -Fe auf Cu(111) versucht werden. Experimentelle Werte für $T_C(D)$ ($D = d/2,06 \text{ \AA}$ = Lagenzahl) an NiFe-Schichten können durch ein Potenzgesetz der Form [58]:

$$\frac{T_C(\infty) - T_C(D)}{T_C(\infty)} = C_0 \cdot D^{-\lambda}$$

beschrieben werden, wobei $C_0 = 0,594$ und $\lambda = 0,58$ ist [40]. Aufgrund der Molekularfeldtheorie [59] sollte $\lambda = 1$ sein. Trägt man $T_C(D)$ gegen D^{-1} bzw. $D^{-0,6}$ auf, so erhält man für $T_C(\infty)$ der γ -Fe-Schichten die Grenzwerte 550 K bis 800 K bzw. 600 K bis 1200 K. Für "massives" γ -Fe auf Cu(111) kann also $T_C(\infty) = 900 \pm 300$ K abgeschätzt werden. WEISS [26] gibt für die ferromagnetische γ_2 -Phase eine Curietemperatur von ca. 1800 K an, α -Fe hat eine Curietemperatur von 1043 K.

4.1.3. Magnetisierung und Anisotropiefeld bei Inselschichten

γ -Fe-Schichten mit größerer Schichtdicke sind bei Substrattemperaturen $> 200^\circ\text{C}$ präpariert und daher nicht mehr flächenhaft, sondern bestehen aus Inseln der Höhe $\frac{d}{p}$ ($< d/p_0$), die bis zu fünfmal größer als die mittlere Schichtdicke d sein kann. Die Proben sind erwartungsgemäß alle spontan in der Schichtebene magnetisiert. In Abb.21 ist $J_s(T)$ für eine bei $T_s = 400^\circ\text{C}$ präparierte Schicht mit einer Massenbelegung von $40,1 \text{ \AA}$, die wegen $p(d)=0,16$ eine Höhe der Inseln von ca. $250 \text{ \AA}$ entspricht, dargestellt. Wie für Schichten mit "massiver" Dicke erwartet wird, ist der Verlauf von J_s für $T < 293 \text{ K}$ nahezu konstant. Bei höheren Temperaturen nimmt die Magnetisierung zwar ab; da die Messungen aber auf Temperaturen $< 500 \text{ K}$ beschränkt sind, ist bei den Inselschichten die sicher dem massiven Wert $T_C(\infty)$ nahekommende Curietemperatur der Messung nicht zugänglich. Der Verlauf des Anisotropiefeldes $H_L(T)$ der Inselschichten ist von dem der flächenhaften Schichten qualitativ völlig verschieden (Abb.22). Bis hinab zu 150 K zeigt H_L einen fast konstanten, linearen

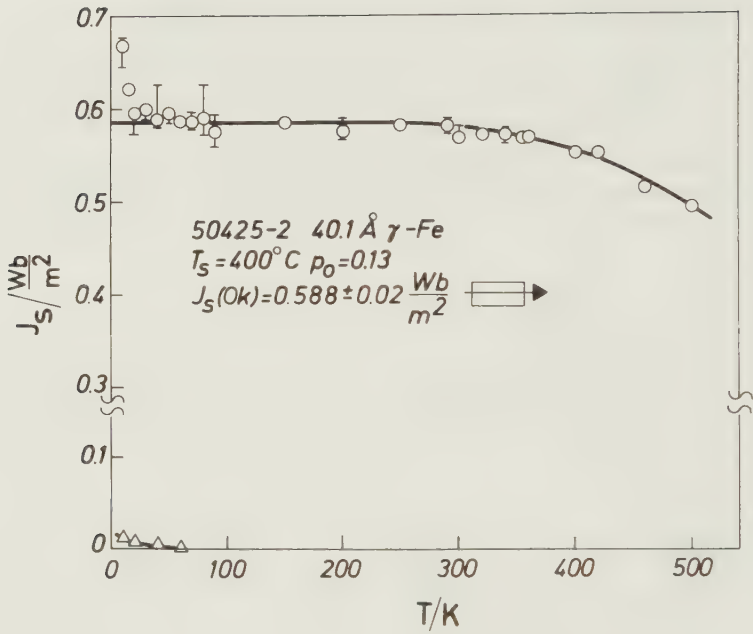


Abb.21 : Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung einer Inselfschicht (Dreiecke unten links = Pendelleereffekt).

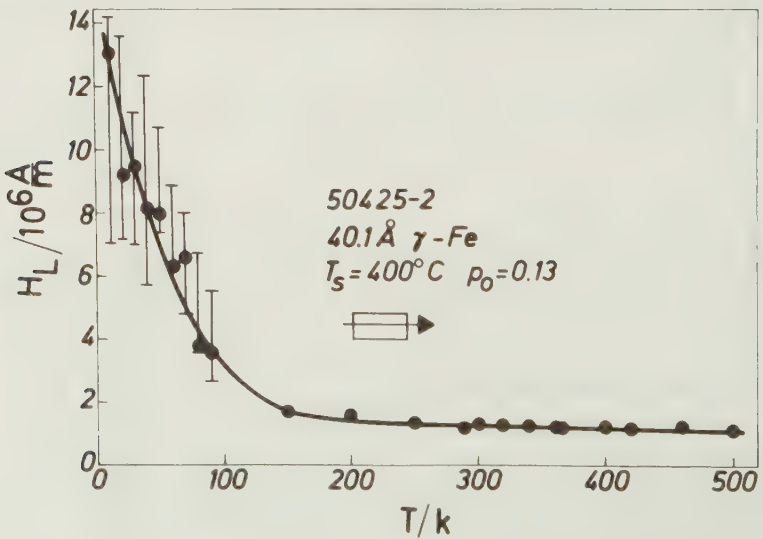


Abb.22 : Temperaturabhängigkeit des Anisotropiefeldes einer Inselfschicht.

Verlauf, um dann zu 0 K hin sehr rasch anzusteigen. Die Bestimmung solch hoher Anisotropiefelder ist wegen des geringen Achsenabschnittes der $R^{-1}(H^{-1})$ -Geraden mit einem großen Meßfehler behaftet. Bei den Inseln werden die Lateralabmessungen wahrscheinlich in der Größenordnung der Inselhöhe sein, es handelt sich also um näherungsweise würfelartige Kristallite. Das Verhältnis Oberfläche zu Volumen ist daher um mehrere Größenordnungen kleiner als bei den flächenhaften Schichten mit kohärenten Bereichen bis zu $1\mu\text{m}$ [45] bei einer Dicke von weniger als $10 \text{ \AA}$. Es ist daher zu vermuten, daß bei den Inselschichten der Verlauf des Anisotropiefeldes H_L im wesentlichen durch die Volumenanisotropie, bei den flächenhaften Schichten durch die Oberflächenanisotropie bestimmt wird.

4.1.4. Hysterese-Verhalten

Stichprobenartig wurden an den Schichten Hysteresemessungen vorgenommen; an typischen Beispielen soll das vorgefundene Verhalten dargestellt werden. Hysteresen können nach Gl.(14) bestimmt werden, wenn J_s und H_L bereits aus der Sättigung bekannt sind:

$$J(H) = \frac{1}{V} \cdot \frac{R(H)}{H} + \frac{H}{H_L} \cdot J_s$$

Falls für das Sättigungsfeld $H_{\text{Sätt}} \ll H_L$ gilt, kann die Hysterese näherungsweise auch ohne Kenntnis von H_L und J_s gewonnen werden:

$$J(H) \approx \frac{1}{V} \cdot \frac{R(H)}{H}$$

In Abb.23 und 24 sind die Hysteresen einer flächenhaften Schicht mit $L > 0$ bei 293 bzw. 80 K dargestellt. Bei Raumtemperatur sind Koerzitivfeld H_c und Remanenz J_R relativ klein, mit sinkender Temperatur verbreitet sich die Hysterese. H_c und J_R steigen etwa um den Faktor 3 an. Auch flächenhafte Schichten mit $L < 0$ zeigen Hystereseverhalten (Abb.25), jedoch mit einer geringen Remanenz. Diese Hysterese ist nochmals ein Beleg für die Existenz einer spontanen ferromagnetischen Magnetisierung in Richtung der Schichtnormalen. Mit zunehmender Tendenz zum Inselwachstum verbreitern sich die Hysteresen; für eine Schicht, die man sich nach dem Strukturmodell aus Abschnitt 2.1. aus Kristalliten mit

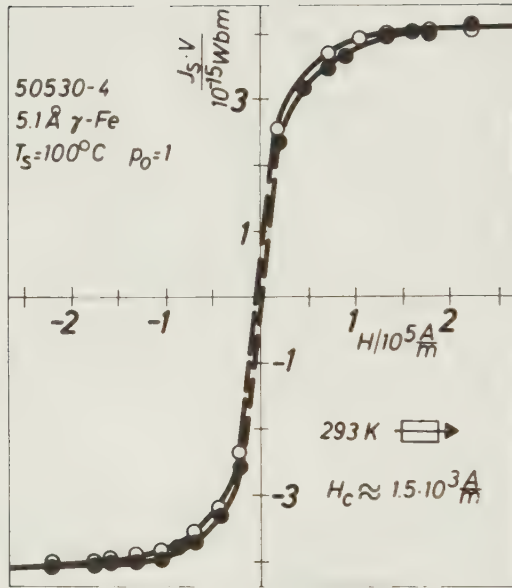


Abb.23 : Hysterese einer flächenhaften Schicht bei 293 K, $H_L > 0$.

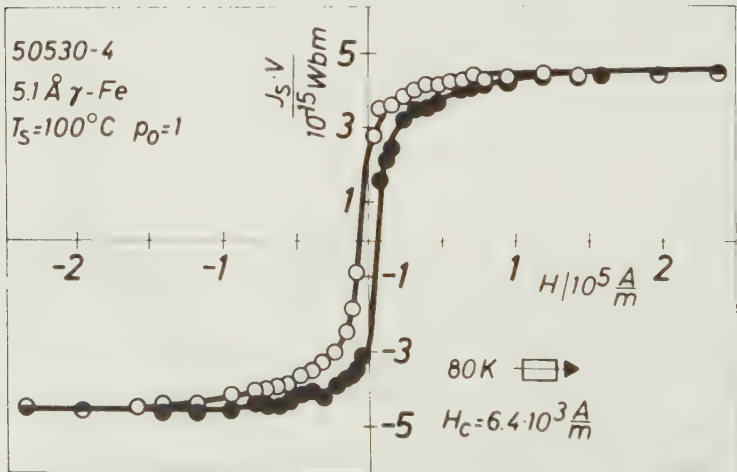


Abb.24 : Wie Abb.23, jedoch bei 80 K.

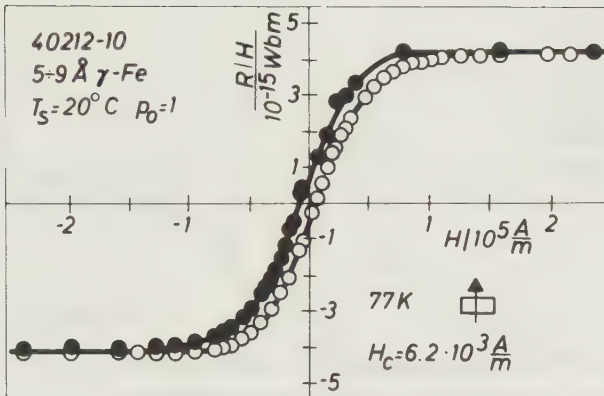


Abb.25 : Hysterese einer flächenhaften Schicht bei 77 K, $H_L < 0$.

Linearabmessungen von ca. $25 \text{ \AA}$ vorstellen muß, beträgt H_C bei 60 K $2 \cdot 10^4 \frac{\text{A}}{\text{m}}$ (Abb.26). Bei einer bei 400°C präparierten Schicht (Linearabmessung der Kristallite ca. $60 \text{ \AA}$) unterscheidet sich H_C nun schon um mehr als eine Größenordnung von dem Koerzitivfeld der flächenhaften Schichten (Abb.27 und 28). In Tabelle 4.2. sind die charakteristischen Daten der Hysteresen der Abbildungen 23 bis 28 zusammengestellt.

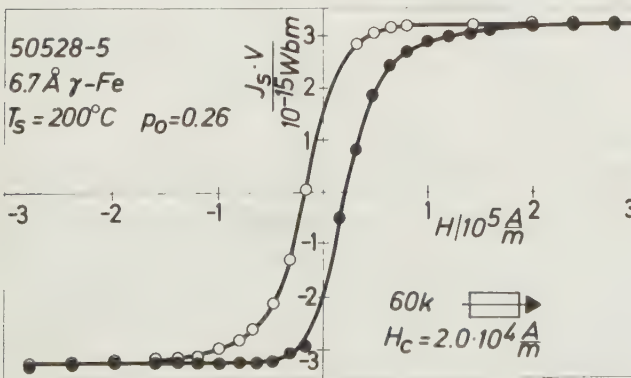


Abb.26 : Hysterese einer Inselnschicht bei 60 K.

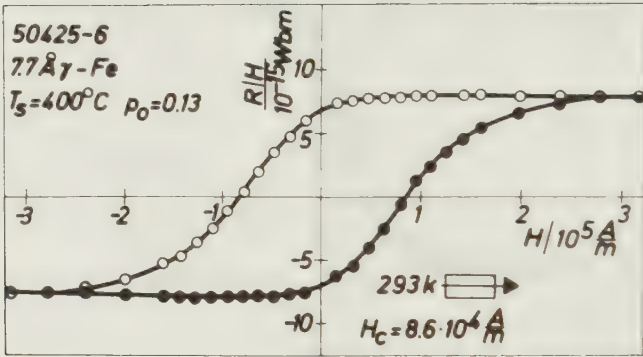


Abb.27 : Hysterese einer Inselschicht bei 293 K.

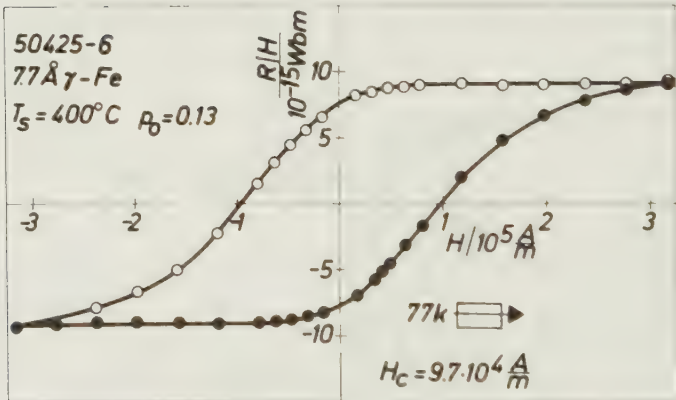


Abb.28 : Wie Abb.27, jedoch bei 77 K.

Probennr.	p_o	$\frac{d}{\bar{R}}$	$\frac{T}{K}$	L	$\frac{J_R}{J_s}$	$\frac{H_c}{10^4 \text{ A/m}}$	$\frac{H_{\text{Sätt}}}{10^5 \text{ A/m}}$
50530-4	1	5,1	298	>0	0,25	0,15	1,5±2,0
"	1	5,1	80	>0	0,5	0,64	"
40212-10	1	5÷9	77	<0	0,2	0,62	1,5
50528-5	0,26	6,7	60	>0	0,5	2,0	1,8±2,0
50425-6	0,13	7,7	293	>0	0,83	8,6	2,8±3,0
"	0,13	7,7	80	>0	0,84	9,7	3,0±3,5

Tab.4.2.: Charakteristische Daten der Hysteresen

Koerzitivfeld und Remanenz nehmen mit fallender Temperatur zu; bei dünnen, flächenhaften Schichten ist dieses Verhalten deutlicher ausgeprägt als bei den Inselschichten, die jedoch im gesamten Temperaturbereich größere Werte für H_c und J_R/J_s aufweisen. Zwischen Hysteresen der flächenhaften Schichten mit $L > 0$ und $L < 0$ gibt es keine Unterschiede. Die geringe Remanenz von 40212-10 ist vermutlich ein Auswertefehler, da wegen starker paramagnetischer Richtmomente keine Bestimmung von H_L und J_s aus der $R^{-1}(H^{-1})$ -Auftragung möglich war, und somit die Hysterese aus $\frac{1}{V} \cdot \frac{R(H)}{H}$, das sicher kleiner als $J(H)$ ist, aufgetragen werden mußte. Weiterhin sind die Feldstärken $H_{\text{Sätt}}$ angegeben, bei denen sich die Hystereseschleife schließt; mit sinkender Temperatur und zunehmenden Inselcharakter müssen höhere Felder eingestellt werden, um eine vollständige Hystereseschleife auszufahren.

4.2. Ferromagnetische Resonanz (FMR)

WRIGHT [9] hatte an seinen durch elektrolytische Abscheidung auf Cu-Einkristalloberflächen präparierten γ -Fe-Schichten Elektronenspinresonanzmessungen durchgeführt. Während er bei dünnen Proben unabhängig von der azimuthalen Orientierung der Schicht immer nur eine Resonanzstelle fand, traten bei dickeren Proben immer zwei Resonanzstellen auf. Dies führte er auf beginnendes α -Fe-Wachstum zurück. Aufgrund dieses Ergebnisses war es für uns naheliegend, ebenfalls ferromagnetische Resonanzmessungen zu ver-

suchen, mit dem Hauptziel, die Strukturaussage der LEED-Analyse zu überprüfen (eine Resonanzstelle $\hat{=}$ γ -Fe; 2 Resonanzstellen $\hat{=}$ γ - und α -Fe), aber auch um eine zusätzliche Information über das Anisotropiefeld zu erhalten.

Die Resonanzbedingungen für eine dünne ferromagnetische Schicht lauten für parallele Orientierung der Probenfläche zum äußeren Feld :

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = (H_{\parallel} + H_L) \cdot H_{\parallel}$$

für senkrechte Orientierung:

$$\frac{\omega}{\gamma} = H_{\perp} - H_L$$

(siehe z.B. [76]). Hierbei ist ω die Mikrowellenkreisfrequenz und $\gamma = g \cdot \mu_B / \hbar$ das gyromagnetische Verhältnis. Für den Landé-Faktor wurde der Wert des α -Eisens, $g = 2,10$, angenommen.

Die FMR-Spektren wurden bei Raumtemperatur in einem kommerziellen ESR-Spektrometer (Varian E 12) mit fester Mikrowellenfrequenz von 9,47 GHz und einem verfügbaren Feldbereich bis $1,4 \cdot 10^6 \frac{\text{A}}{\text{m}}$ gefahren, wobei das Resonanzfeld als Nullstelle der 1. Ableitung des Mikrowellensignals bestimmt wurde. Resonanzfelder bei Orientierung der Probenfläche in Feldrichtung werden mit $H_{\parallel}$, solche bei senkrechter Orientierung mit $H_{\perp}$ bezeichnet. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.3. zusammengestellt.

Von den 8 untersuchten reinen γ -Eisen-Schichten zeigt nur eine einzige eine, wenn auch sehr schwache, Resonanz. Der Wert für H_L weicht stark von dem magnetometrisch bestimmten ab. Von den 10 untersuchten Proben, die nach der LEED-Analyse einen α -Fe-Anteil enthalten, zeigen alle relativ scharfe Resonanzen, zum Teil auch in senkrechter Orientierung. Das aufgrund der WRIGHT'schen Ergebnisse erwartete Verhalten tritt bei unseren Proben nicht auf, trotzdem kann das Ergebnis als Bestätigung der LEED-Analyse gewertet werden: Alle reinen γ -Fe-Schichten zeigen keine Resonanz, Schichten mit α -Fe-Anteil zeigen eine Resonanz nur bei einem Feld. Die Resonanz, die bei 50425-7, einer nach dem LEED-Bild reinen γ -Fe-Probe, auftritt, zeigt sich erst bei der

Proben Nr.	LEED	p ₀	d/Å	$\frac{H_{ }}{10^4 \frac{A}{m}}$	$\frac{\Delta H_{ }}{10^4 \frac{A}{m}}$	$\frac{H_{L }}{10^5 \frac{A}{m}}$	$\frac{H_{\perp}}{10^5 \frac{A}{m}}$	$\frac{\Delta H_{\perp}}{10^4 \frac{A}{m}}$	$\frac{H_{L\perp}}{10^5 \frac{A}{m}}$	$\frac{H_{L,TSM}}{10^5 \frac{A}{m}}$
50605-4	γ	1	3,7	-	-	-	-	-	-	-
50605-5	"	1	3,0	-	-	-	-	-	-	-
50605-6	"	1	1,8	-	-	-	-	-	-	-
50601-4	"	0,65	4,0	-	-	-	-	-	-	8,9
50429-4	"	0,53	8,5	-	-	-	-	-	-	10,5
50321-6	"	0,50	5,1	-	-	-	-	-	-	12,1
50425-2	"	0,13	40,1	-	-	-	-	-	-	12,3
50425-7	"	0,13	84,3	5,73	2,71	10,9	-	-	-	17,2
50605-1	γ/α	1	15,1	6,97	1,79	8,84	-	-	-	n.v.
50605-2	"	1	12,0	7,44	1,31	8,12	-	-	-	"
50605-7	"	1	41,0	4,82	0,80	13,4	-	-	-	"
50601-1	"	0,65	22,9	6,69	1,59	9,15	-	-	-	"
50601-2	"	0,65	20,1	6,85	1,59	8,92	-	-	-	"
50601-3	"	0,65	16,9	7,72	2,15	7,80	12,8	3,58	10,3	"
50321-3	"	0,5	7,9	9,35	3,98	6,13	10,1	6,17	7,56	"
50321-2	"	0,5	12,4	8,56	3,18	6,85	11,0	4,78	8,44	"
50321-5	"	0,5	18,7	6,67	1,51	9,15	13,3	1,79	10,8	"
50429-1	"	0,48	17,2	6,21	3,18	9,95	15,2	7,96	12,7	"
50314-7	"	0,24	137,3	5,57	11,1	11,2	-	-	-	12,6

Tab.4.3. : Ergebnisse der FMR-Messungen

n.v. = nicht vermessen

H_{L,TSM} = magnetometrisches Anisotropiefeld.

maximalen Verstärkung des Spektrometers (G = 800), bei der auch die leere Probenhalterung im Feldbereich bis ca. $1,6 \cdot 10^5 \frac{A}{m}$ ein Signal liefert, so daß es sich bei der Resonanzstelle auch um einen Störeffekt handeln kann. Eine andere Erklärung ist, daß das FMR-Signal durch einen geringen α-Fe-Anteil hervorgerufen wird, der sich im LEED-Bild -die Schicht ist aus Inseln aufgebaut, die weniger als 20 % der Cu-Oberfläche bedecken- nicht bemerkbar macht.

Bei den Schichten mit beiden Fe-Anteilen wurden im allgemeinen keine magnetometrischen Messungen vorgenommen; eine Ausnahme

bildet die Probe 50314-7. Hier stimmen die H_L -Werte aus Resonanz- und magnetometrischer Messung in befriedigender Weise überein.

Fünf der γ/α -Schichten liefern in beiden Orientierungen ein Resonanzsignal; für den Landé-Faktor ergibt sich daraus der Wert:

$$g = 1,82 \pm 0,16 \quad ,$$

abweichend vom Wert für α -Fe $g = 2,10$.

Das Fehlen der Resonanzen bei den reinen γ -Fe-Schichten kann qualitativ verstanden werden, indem einerseits aufgrund der geringen γ -Fe-Magnetisierung und damit des geringen magnetischen Moments nur sehr schwache Resonanzen zu erwarten sind, andererseits aufgrund struktureller Inhomogenitäten die Resonanzen so verbreitert sind, daß sie vom Rauschen des Spektrometers nicht getrennt werden können. Das bei den magnetometrischen Messungen beobachtete "Umklappen" der Magnetisierung war durch ein Strukturmodell mit Schichtplateaus unterschiedlicher Höhe innerhalb einer Probe erklärt worden. Die damit verbundene räumliche Streuung der Anisotropien kann zu Abweichungen von der symmetrischen Lorentz-Form der Resonanzkurve [60] und damit zu obigem Ergebnis führen.

4.3. Zusammenfassung der Ergebnisse

Die magnetometrischen Ergebnisse aller γ -Fe-Schichten aus [41,42] sind in Tabelle 4.4. zusammengestellt. Von den 34 untersuchten Proben sind 20 ferromagnetisch (f) und 11 quasi-ferromagnetisch (qf). Drei der Schichten zeigen im gesamten Temperaturbereich zu H^2 proportionale Richtmomente, also paramagnetisches Verhalten (p). Diese Schichten haben eine Massenbelegung von ein bis zwei Atomlagen. Da die gemessene Suszeptibilität χ_{eff} einen der Glimmersuszeptibilität ähnlichen Temperaturverlauf aufweist, besteht der Verdacht, daß der Substratglimmer das geringe ferromagnetische Moment überlagert, es kann allerdings auch nicht ausgeschlossen werden, daß diese Schichten superparamagnetisch sind, speziell bei den Inselproben 50601-6 und 50528-4.

Proben Nr.	p_0	$\frac{d}{\text{\AA}}$	Magnetischer ¹⁾ L Ordnungszustand	$\frac{T}{\text{K}}$ ²⁾	$\frac{J_H}{\text{Wb/m}^2}$	$\frac{J_L}{\text{Wb/m}^2}$	$\frac{H_L(293\text{K})}{10^5 \text{ A/m}}$
41002-7	1.0	$4.2 \pm 11\%$	qf	>0	80	>0.38	-
50605-4	"	$3.7 \pm 4\%$	qf	>0/<0	80	0.354	0.311
-5	"	$3.0 \pm 10\%$	qf	>0/<0	0 ³⁾	-	0.566
-6	"	$1.8 \pm 13\%$	qf	>0/<0	80	0.138	0.277
50603-4	"	$2.6 \pm 5\%$	qf	>0/<0	80	0.201	0.41
-5	"	$3.7 \pm 0\%$	f	>0/<0	0	-	0.566
-6	"	$1.4 \pm 5\%$	qf	>0/<0	80	0.112	0.299
50224-4	"	$8.4 \pm 9\%$	f	>0	0	0.603	-
-5	"	$5.9 \pm 13\%$	f	>0/<0	80	0.28	-
-6	"	$3.3 \pm 20\%$	qf	>0/<0	80	0.25	-
41125-7	"	$6.2 \pm 7\%$	qf	>0	0	0.33	-
50530-4	"	$5.1 \pm 5\%$	f	>0	0	0.39	-
-5	"	$3.8 \pm 5\%$	f	>0	293	0.14	-
-6	"	$2.0 \pm 5\%$	p	-	-	-	-
50311-6	0.8	$4.8 \pm 5\%$	qf	>0	293	0.17	-
50601-4	0.65	$4.0 \pm 3\%$	f	>0	293	0.26	-
-5	"	$3.0 \pm 5\%$	qf	>0	80	0.175	-
-6	"	$1.4 \pm 0\%$	p	-	-	-	-
50321-6	0.50	$5.1 \pm 14\%$	f	>0	293	0.246	-
50429-4	0.53	$8.5 \pm 2\%$	f	>0	0	0.566	-
-5	"	$6.1 \pm 2\%$	f	>0	293	0.176	-
-6	"	$2.7 \pm 2\%$	qf	>0	293	0.45	-
50528-4	0.35	$3.9 \pm 5\%$	p	-	-	-	-
-5	"	$6.7 \pm 5\%$	f	>0	293	0.221	-
-6	"	$1.6 \pm 5\%$	3)	-	-	-	-
50303-6	0.31	$15.5 \pm 5\%$	f	>0	293	>0.465	-
50314-5	0.24	$10.2 \pm 4\%$	f	>0	0	0.674	-
-6	"	$7.0 \pm 4\%$	f	>0	0	0.539	-
50425-1	0.13	$44.7 \pm 20\%$	f	>0	0	0.765	-
-2	"	$40.1 \pm 1\%$	f	>0	0	0.588	-
-3	"	$29.3 \pm 4\%$	f	>0	293	0.592	-
-4	"	$21.5 \pm 12\%$	f	>0	293	0.598	-
-5	"	$14.2 \pm 11\%$	f	>0	0	0.503	-
-6	"	$7.7 \pm 16\%$	f	>0	0	0.515	-
-7	"	$84.3 \pm 5\%$	f	>0	293	0.537	-

Erläuterungen: 1) f = ferromagnetisch, qf = quasi-ferromagnetisch
p = paramagnetisch

2) Tiefste Meßtemperatur

3) Nicht vermessen

4) Schichtdicke aus Ionenrückstreuungsmessungen

5) Extrapolation von $J_s(T)$ auf 0 K

Tab.4.4.: Zusammenstellung der magnetometrischen Ergebnisse.

Tabelle 4.4. enthält die bei den tiefsten Temperaturen T gemessenen Magnetisierungen $J_{\parallel}$ und $J_{\perp}$. Bei den Schichten 50224-5 bzw. 50224-6 ist in der Spalte "L" die Existenz beider Orientierungen angezeigt, obwohl für $J_{\perp}$ keine Werte eingetragen sind. Bei diesen beiden Proben sind in der Orientierung Schichtnormale-in-Feldrichtung keine Messungen erfolgt; aus der Abnahme der Magnetisierung J mit fallender Temperatur wird jedoch gefolgert, daß auch bei diesen Proben bei tiefen Temperaturen ein Umschlagen der Magnetisierung in Richtung der Flächennormalen erfolgen wird.

Bei tiefen Temperaturen < 90 K konnten keine Anzeichen der Koexistenz einer antiferromagnetischen Phase oder des Unterschreitens eines Néel-Punktes entdeckt werden. Zwar war das ferromagnetische Signal bei tiefen Temperaturen im allgemeinen von paramagnetischen Störungen des Glimmers überlagert, aber bei der rechnerischen Trennung der beiden Komponenten erwies sich der paramagnetische Anteil immer als mit fallender Temperatur monoton wachsend. Es kann jedoch nicht ausgeschlossen werden, daß geringe isotrope antiferromagnetische Schichtanteile vorhanden sind, die durch den paramagnetischen Substratglimmer überdeckt werden.

Für eine Reihe von Proben kann ein Wert für die Tief-Temperatur-Magnetisierung angegeben werden. Bei den dünnen, flächenhaften Schichten geschah dies durch Extrapolation der Heliummessungen zu 0 K, bei den dicken Inselschichten, für die sicher $T_c \gg 293$ K gilt, wurde teilweise der Raumtemperaturwert angegeben. Die Zahlenwerte sind in Tabelle 4.5. zusammengestellt und Abb.29 zeigt das Ergebnis :

$$J_s = J_s(d).$$

Für pseudomorphe γ -Fe-Schichten auf Cu(111) kann also unabhängig vom Wachstumsmodus (flächen- oder inselhaft) und unabhängig von der Schichtdicke eine Tief-Temperatur-Magnetisierung

$$J_s = 0,58 \pm 0,13 \text{ Wb/m}^2$$

angegeben werden; dies entspricht genau einem atomaren Moment von $0,58\mu_B$.

Proben Nr.	p_0	$\frac{d}{\text{\AA}}$	$\frac{J_s}{\text{Wb/m}^2}$	Magnetischer Ordnungszustand	1) L	$H_L(293\text{K})$
						$10^5 \frac{\text{A}}{\text{m}}$
401012-5	0.1	28.0	0.705 ± 0.176	f	> 0	13.7
-6	0.1	33.0	0.562 ± 0.045	f	> 0	16.1
50425 -2	0.13	$40.1 \pm 1\%$	0.588 ± 0.018	f	> 0	12.3
-3	"	$29.3 \pm 4\%$	0.592 ± 0.042	f	> 0	14.2
-4	"	$21.5 \pm 12\%$	0.538 ± 0.080	f	> 0	24.0
-5	"	$14.2 \pm 11\%$	0.503 ± 0.055	f	> 0	8.5
-6	"	$7.7 \pm 16\%$	0.515 ± 0.083	f	> 0	7.9
-7	"	$84.3 \pm 5\%$	0.537 ± 0.030	f	> 0	17.2
50314 -5	0.24	$10.2^{(3)}$	0.674 ± 0.101	f	> 0	8.2
-6	"	$7.0^{(3)}$	0.539 ± 0.108	f	> 0	7.2
50429 -4	0.53	$8.5 \pm 2\%$	0.566 ± 0.063	f	> 0	10.5
50224 -4	1.0	$8.4 \pm 9\%$	0.603 ± 0.025	f	> 0	6.0
50605 -5	1.0	$3.0 \pm 10\%$	0.566 ± 0.075	qf	> 0 / < 0 ²⁾	-
50603 -5	1.0	$3.7 \pm 0\%$	0.566 ± 0.126	f	> 0 / < 0 ²⁾	2.0
41112 -5	1.0	$5.8 \pm 2\%$	0.596 ± 0.056	qf	> 0	-
41112 -4	1.0	$4.2 \pm 25\%$	0.576 ± 0.151	qf	> 0	-

- Erläuterung: 1) f = ferromagnetisch, qf = quasiferromagnetisch
 2) Magnetisierungskomponenten in beiden Orientierungen
 3) Schichtdicke aus Ionenrückstreuung

Tab.4.5.: Zusammenstellung der Tieftemperaturmagnetisierungswerte.

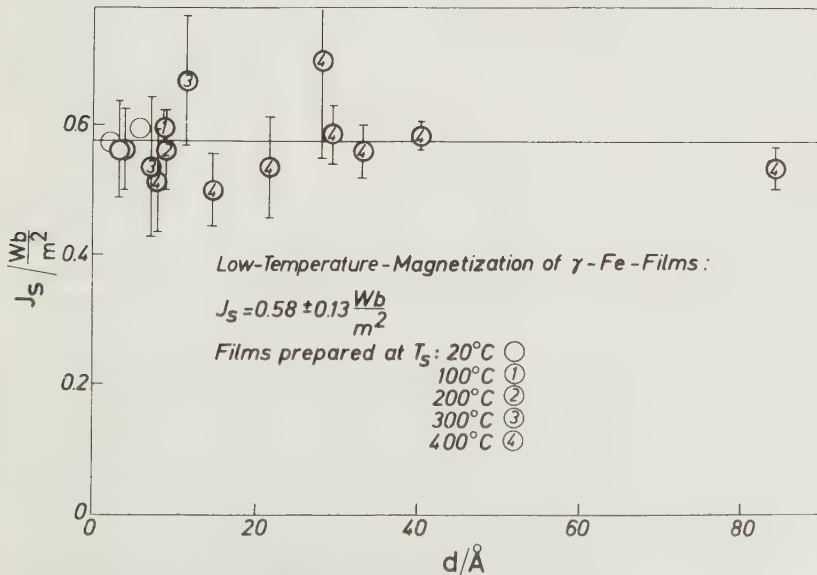


Abb.29 : Tieftemperaturmagnetisierung von γ -Fe auf Cu(111).

5: Diskussion

5.1. Mögliche Einwände gegen den experimentellen Befund

Im Abschnitt 1 ist eine Vielzahl von experimentellen Untersuchungen referiert worden, bei denen an unterschiedlich präparierten Proben mit verschiedenen Methoden einheitlich eine antiferromagnetische Ordnung des γ -Fe gefunden wurde. Unsere γ -Fe-Schichten dagegen sind ferromagnetisch. Es ist ein naheliegender Einwand, zu vermuten, das ferromagnetische Richtmoment der Proben komme nicht vom γ -Fe, sondern rühre von α -Fe-Anteilen her, die entweder während des Aufwachsens entstanden sind, ohne sich im LEED-Reflexbild bemerkbar zu machen, oder sich nach Abschluß der Präparation durch eine γ/α -Umwandlung gebildet haben. Dieser Einwand soll im folgenden diskutiert werden.

Für die γ -Fe-Magnetisierung wurde unabhängig von den Präparationsbedingungen der Wert $0,58 \text{ Wb/m}^2$ angegeben; die Magnetisierung von α -Fe beträgt $2,14 \text{ Wb/m}^2$. Sollte die γ -Fe-Magnetisierung nur durch α -Anteile vorgetäuscht worden sein, so müßten daher bei allen Präparationen 27 % des Eisens in α -Struktur vorgelegen haben. Für die flächenhaften Schichten leuchtet unmittelbar ein, daß ein solcher α -Anteil auszuschließen ist. Mehr als 27 % der Oberfläche kann nicht in bcc-Struktur vorgelegen haben, ohne das LEED-Bild deutlich zu verändern. Bei den bei hohen Substrattemperaturen von 300°C und 400°C präparierten Inselnschichten sind die Verhältnisse komplizierter. Eine Interdiffusion zu CuFe-Mischkristallen wird zwar wegen der breiten Mischungslücke im System CuFe und der geringen gegenseitigen Löslichkeit [1] nicht stattfinden. Es kann jedoch nicht von vornherein ausgeschlossen werden, daß frisch gebildete α -Fe-Keime durch Oberflächendiffusion vom Cu-Substrat her sofort mit einer Cu-Haut überzogen werden und sie damit zum LEED-Reflexbild nicht beitragen. Dies kann aber aufgrund von magnetischen Argumenten ausgeschlossen werden. Es sei angenommen, das von uns präparierte γ -Fe sei tatsächlich antiferromagnetisch. Für eine Präparationsreihe mit sowohl reinen γ - als auch γ/α -Schichten würden dann die γ -Proben kein ferromagnetisches Moment aufweisen. $J_s V(d)$ wäre dann bis zu einer Dicke $d_{\gamma, \max}$ gleich null, für größere

Schichtdicken würde $J_s V$ linear mit d zunehmen. Tatsächlich ist dies aber nicht der Fall, vielmehr zeigen alle Proben ein ferromagnetisches Moment, wobei sich natürlich für $J_s V(d)$ im γ - und α/γ -Bereich unterschiedliche Steigungen ergeben. Dies kann unter Annahme einer antiferromagnetischen γ -Phase nur verstanden werden, wenn schon bei beginnender Kondensation α -Fe gebildet würde. Dies ist aber sowohl aufgrund allgemeiner Erfahrungen über den epitaktischen Wachstumsprozeß als auch aufgrund der experimentellen Arbeiten speziell am γ -Fe anderer Autoren [7,8] auszuschließen. Insbesondere bei der 400°C -Präparation, die nach LEED-Analyse nur γ -Fe enthält, sollten, da mit zunehmender Schichtdicke verstärkt α -Fe aufwachsen wird, die experimentell bestimmten Werte für die γ -Fe-Magnetisierung mit zunehmender Schichtdicke ansteigen. Dies ist nicht der Fall, vielmehr zeigen die sieben Meßwerte eine Streuung, die im Rahmen der durch die Bestimmung der Momente bzw. der Schichtdicke gegebenen Fehlerquellen liegt.

Die Analyse der LEED-Reflexe gibt also eine verlässliche Information über die Struktur der Schichten. Da LEED und AES bei Raumtemperatur durchgeführt wurden, ist sichergestellt, daß beim Aufdampfen der Cu-Deckschicht die nach LEED-Aussage reinen γ -Proben wirklich nur γ -Fe enthalten. Es muß jedoch noch geklärt werden, ob eine spätere Umwandlung zu γ -Fe auszuschließen ist.

Die γ/α -Umwandlung ist eine martensitische, d.h. die neue atomare Anordnung geht aus der alten nicht durch Diffusion einzelner Atome hervor, sondern sie kommt durch kooperative Bewegungen ganzer Atomgruppen zustande [61]. Nach SCHUHMANN [62] handelt es sich bei diesem Umwandlungsmechanismus aufgrund der hohen Stapelfehlerenergie um eine reine Scherungsumwandlung, die sich aus einer Scherung der (111)-Netzebenen gegeneinander (Änderung der Stapelfolge) und einer Scherung innerhalb der (111)-Basisfläche (Änderung des Basiswinkels von 60° auf $70^\circ 32'$) zusammensetzt und durch Deformation sowie Temperaturerniedrigung begünstigt wird. Die γ -Fe-Schichten sind auf (111)-Oberflächen präpariert, vermutlich wird die Cu-Matrix daher zumindest der Scherung in den (111)-Netzebenen des Eisens einen besonders

großen Widerstand entgegensetzen und damit eine martensitische Umwandlung verhindern.

EASTERLING und MIEKK-OJA [63] kommen aufgrund von elektronenmikroskopischen Untersuchungen von athermisch behandelten austenitischen Fe-Ausscheidungen (Abschrecken bis 1,43 K) ebenso wie [4] zu dem Ergebnis, daß eine mechanische Kaltverformung eine notwendige Bedingung für die martensitische Umwandlung der γ -Fe-Ausscheidung ist. Eine solche mechanische Beanspruchung ist für unsere Proben auszuschließen. Zwei experimentelle Befunde sprechen ebenfalls gegen eine martensitische Umwandlung unserer Schichten: Nach Tieftemperaturmessungen konnte der vorher gemessene Raumtemperaturwert der Magnetisierung in allen Fällen reproduziert werden. Weiterhin ist die Aussage der FMR-Messungen mit der LEED-Analyse konsistent, obwohl ein Teil der Schichten vor der FMR-Messung schon auf Stickstofftemperaturen abgekühlt und der Substrat-Glimmer abgespalten worden war.

Es ist also sichergestellt, daß es sich bei unseren Proben tatsächlich um ferromagnetische γ -Fe-Schichten auf Cu(111) handelt.

5.2. Hinweise auf die Existenz einer ferromagnetischen γ -Phase aus Untersuchungen an Ausscheidungen und amorphen Fe-Legierungen.

Hinweise auf eine parallele Orientierung der Momente in der fcc-Nahordnung sowie auf die strukturelle Empfindlichkeit der magnetischen Ordnung im Eisen ergeben sich bereits aus Messungen an γ -Fe-Ausscheidungen und an amorphen Fe-Legierungen.

Zunächst soll auf die positive magnetische Wechselwirkung in Ausscheidungen eingegangen werden. Dazu wird der Ausscheidungsmechanismus dargestellt, bei dem drei verschiedene "Phasen" unterschieden werden, von denen die erste von besonderem Interesse ist. An Fe-Ausscheidungen in Cu liegen eine Reihe von Untersuchungen vor, die sich jedoch entweder primär mit der Strukturklärung [4,63] oder primär mit der magnetischen Ordnung [11-18] befassen. Die Ergebnisse dieser Arbeiten können zu einem

qualitativ übereinstimmenden Bild der Ausscheidungsbildung in einer Cu-Matrix zusammengefügt werden.

Die feste Cu-Fe-Lösung bei hohen Temperaturen ist paramagnetisch. Bei der Entleerung des Gastgitters vom überschüssigen Fe infolge von Abkühlung häuft es sich in kleinen kohärenten Ausscheidungen (sog. pre-precipitates) an. Der Wachstumsprozeß der Cluster ist von EASTERLING und MIEKK-OJA [63] elektronenmikroskopisch verfolgt worden. Kleine Ausscheidungen von γ -Fe sind kugelförmig und in der Grenzschicht zur Cu-Matrix treten keine Versetzungen oder andere Gitterfehler auf, vielmehr sind Cu-Matrix und Ausscheidung im Grenzgebiet schwach elastisch verspannt; hierdurch wird der Fehlpaß zwischen Cu und Fe kompensiert. Bei einer Teilchengröße von $200 \text{ \AA}$ entspricht der Burgersvektor einer Versetzung gerade dem gesamten Fehlpaß der Ausscheidung; nun sollte der Einbau von Versetzungen begünstigt sein. Jedoch können auch bei Ausscheidungen bis zu einer Größe von ca. $600 \text{ \AA}$ keine Grenzschichtversetzungen beobachtet werden. Diese Ausscheidungen ohne Anpassungsversetzungen, bei denen die Kristallgitter von Ausscheidung und Matrix kontinuierlich ineinanderübergehen, werden als (voll-)kohärent bezeichnet [77]. Weitere Vergrößerung führt bis zu einer Größe von ca. $1300 \text{ \AA}$ zu immernoch kubisch-flächenzentrierten Teilchen mit schließlich kubischer Gestalt und dem Auftreten zahlreicher Grenzschichtversetzungen. Diese Ausscheidungen werden als semi-kohärent bezeichnet.

BERGHOUT [13] hat an CuFe-Legierungen durch elektrische Widerstandsmessungen homogene und entmischte Legierungen untersuchen können. Sorgfältige Suszeptibilitätsmessungen während der Entmischung (bei verschiedenen Temperaturen) ergeben, daß die Suszeptibilität als Funktion der Auslagerungsdauer ein Maximum durchläuft, d.h. das magnetische Moment nimmt bei Wachstum des Fe-Clusters zunächst zu und dann wieder ab. Dieses Maximum ist mit einem Höchstwert der paramagnetischen Curie-Temperatur, gewonnen aus der $1/\chi(T)$ -Auftragung, verbunden. Die Teilchen sind also oberhalb T_c paramagnetisch, unterhalb T_c existiert eine parallele Ordnung der Fe-Momente; die Probe verhält sich superparamagnetisch. Aus der superparamagnetischen

Suszeptibilität berechnet BERGHOUT eine Zahl n von 30 bis 100 Atomen pro Teilchen, wobei er die Magnetisierung von α -Fe ($2,2 \mu_B/\text{Atom}$) zugrundegelegt hat. Obwohl keine Aussage über die Gitterkonstante dieser kleinen γ -Fe-Ausscheidungen vorliegt, ist aufgrund der Angabe von WRIGHT [9] ($1,1 \mu_B/\text{Atom}$) sowie des von uns ermittelten Wertes ($0,58 \mu_B/\text{Atom}$) anzunehmen, daß die Magnetisierung J_s der Ausscheidungen kleiner ist als $J_s(\alpha\text{-Fe})$. Da $n \sim J_s^{-2}$ gilt, bedeutet dies, daß sich dann für n maximal der Wert 1600 Atome pro Teilchen ergibt. WINDOW [14], der das Anfangsstadium der Ausscheidung von Fe in Cu mittels des Mößbauer-effektes untersucht hat, findet bei Clustern mit bis zu 12 Atomen ebenfalls eine parallele Kopplung der Fe-Momente. Vermutlich sind diese Cluster mit ferromagnetischer Ordnung auch für den γ_2 -Peak von BENNETT und SWATZENDRUBER [30] verantwortlich. Es liegt nahe, die kleinen Ausscheidungen mit paralleler Kopplung der Fe-Momente mit den voll-kohärenten γ -Fe-Ausscheidungen von EASTERLING und MIEKK-OJA zu identifizieren, die aufgrund der elastischen Verspannung eine dem Cu ähnliche Gitterkonstante aufweisen werden.¹⁾ Eine Diskrepanz zwischen den verschiedenen Autoren besteht nur in der Angabe der Teilchengröße; eine mögliche Erklärung hierfür ist, daß die kritische Größe, bis zu der eine versetzungsfreie Existenz der γ -Fe-Ausscheidung gewährleistet ist, empfindlich von den Präparationsbedingungen abhängt.

Die semi-kohärenten γ -Fe-Ausscheidungen haben aufgrund der Grenzschichtversetzungen eine intrinsische Gitterkonstante kleiner als die des Cu (vgl. NEWKIRK [4]) und sind antiferromagnetisch [31]. Weiteres Anwachsen der Ausscheidung verbunden mit Tempern oder mechanischer Bearbeitung führt dann zur Bildung von inkohärenten Teilchen mit bcc-Struktur [63].

Die starke Strukturabhängigkeit der magnetischen Eigenschaften der γ -Phase wird besonders deutlich durch die Kaltverformungsversuche an voll-kohärenten Ausscheidungen. EASTERLING und MIEKK-OJA [63] haben an wärmebehandelten und dann um 10 % kaltverformten $150 \text{ \AA}$ -Teilchen sowohl in Abhängigkeit von der Temperatur als auch in Abhängigkeit von der Behandlungsdauer ein Suszeptibilitätsmaximum erhalten, ohne elektronenmikroskopisch

¹⁾ Auch die "gewöhnlichen cumuli" bei KNAPPWOST [11,12] sind vermutlich voll-kohärente Ausscheidungen.

eine martensitische Umwandlung oder andere strukturelle Veränderungen feststellen zu können. BERGHOUT [13] findet in Abhängigkeit von der Verformung ebenfalls ein Suszeptibilitätsmaximum. Da die Suszeptibilität bei zunehmender Verformung wieder abnimmt, ist auch hier eine martensitische Umwandlung auszuschließen. BERGHOUT vermutet, daß sich durch die Kaltverformung die Teilchengestalt und damit die Zahl der Oberflächenatome ändert, was zu einer Änderung der magnetischen Eigenschaften führt. BOLTEX (zitiert nach [14]) nimmt ebenfalls eine solche Formänderung an, um seine Widerstandsmessungen an CuFe-Legierungen zu deuten.

Die oben angeführten Autoren kommen also zu dem folgenden Ergebnis: Voll-kohärente Ausscheidungen weisen eine spontane parallele Ordnung auf und ihr magnetisches Verhalten reagiert empfindlich auf strukturelle Änderungen und Präparationsbedingungen.

Auch die Untersuchungen an amorphem Eisen mit einer fcc-Nahordnung lassen sich dahingehend zusammenfassen, daß einerseits das magnetische Verhalten des γ -Fe empfindlich von strukturellen Parametern abhängt, andererseits eine fcc-Nahordnung mit einem ferromagnetischen Moment verträglich zu sein scheint. Aus den Messungen am amorphen System AuFe [38] kann für das reine amorphe Eisen ein Wert von ca. $1,2 \mu_B/\text{Atom}$ extrapoliert werden. GRIGSON et al. [74] geben für reines amorphes Eisen ein Moment von $0,6 \mu_B/\text{Atom}$ an; KÖPKE und BERGMANN [75], die bis zu 10 Lagen reines Eisen amorph präparieren konnten, fanden $1,93 \mu_B/\text{Atom}$. BONSTANJOGLO und GIESE [71] allerdings finden in ihren amorphen Fe-Schichten nur ein ferromagnetisches Moment von $0,05 \mu_B/\text{Atom}$ und begründen dies damit, daß die amorphe Nahordnung doch der bcc-Struktur ähnlicher sei und zudem einen größeren Nächsten-Nachbarn-Abstand habe.

5.3. Deutung der Ergebnisse

Im folgenden soll nicht auf die Schichtdickenabhängigkeit der magnetischen Eigenschaften des γ -Fe eingegangen werden. Diese Abhängigkeit konnte bei anderen oligatomaren 3d-Metall-Schichten

mit größerer Präzision untersucht werden als beim γ -Fe, wo überhaupt nur in einem eng begrenzten Dickenbereich ($\approx 9 \text{ \AA}$) flächenhaftes Wachstum vorliegt, in dem das in Abschnitt 4.2. geschilderte temperaturabhängige Auftreten zweier Magnetisierungsrichtungen eine korrekte Analyse oft unmöglich macht. Hier soll daher primär die Existenz der ferromagnetischen Ordnung in γ -Fe auf Cu(111) diskutiert werden.

Kubischflächenzentriertes Eisen hat unterschiedliche magnetische Eigenschaften: γ -Fe-Schichten auf Cu(111) sowie auf Cu(110) [9] sind ferromagnetisch, Schichten auf Cu(100) antiferromagnetisch [35]. Bei Ausscheidungen wird, abhängig von der Clustergröße eine spontane parallele [13,14] oder antiparallele Ordnung der Momente [11,12,16,19] beobachtet. Eisenlegierungen mit fcc-Struktur sind abhängig vom Legierungspartner ferro- oder antiferromagnetisch [5,6]. Diese Vielfalt der Ergebnisse kann -wie schon im vorigen Abschnitt ausführlich dargestellt wurde- auf strukturelle Unterschiede der einzelnen Proben zurückgeführt und damit -zumindest für das reine γ -Fe- zwanglos durch das WEISS'sche Modell zweier elektronischer Zustände im γ -Fe (γ_1 : kleine Gitterkonstante; $0,6 \mu_B/\text{Atom}$; antiferromagnetisch und γ_2 : große Gitterkonstante; $2,8 \mu_B/\text{Atom}$; ferromagnetisch) gedeutet werden. Dieses Modell ist nicht aufgrund von "first principles", sondern aufgrund umfangreicher magnetischer, volumetrischer und thermodynamischer Daten des Eisens und der Fe-Legierungen entstanden und daher mehr empirischer Natur. In Abb.30 sind nochmals die Gitterparameter des γ -Fe zusammengestellt. Die Werte für den γ_1 - und γ_2 -Zustand stammen von KAUFMAN et al. [28]. Sie sind einmal aufgrund von Extrapolationen von älteren Gitterkonstantenmessungen an ferromagnetischen und antiferromagnetischen fcc-Fe-Legierungen sowie aufgrund seiner Rechnungen basierend auf den Hochtemperatur-Daten BASINSKI et al. [44] gewonnen worden. γ -Fe-Ausscheidungen haben nach NEWKIRK [4] eine Gitterkonstante von $3,588 \text{ \AA}$, wobei der Einfluß des in der Ausscheidung noch gelösten Kupfers schon berücksichtigt ist. Die Reflexabstände unseres γ -Fe stimmen mit denen der Cu(111)-Unterlage im Rahmen der Meßgenauigkeit (0,3%) überein; wir schließen daraus, daß die

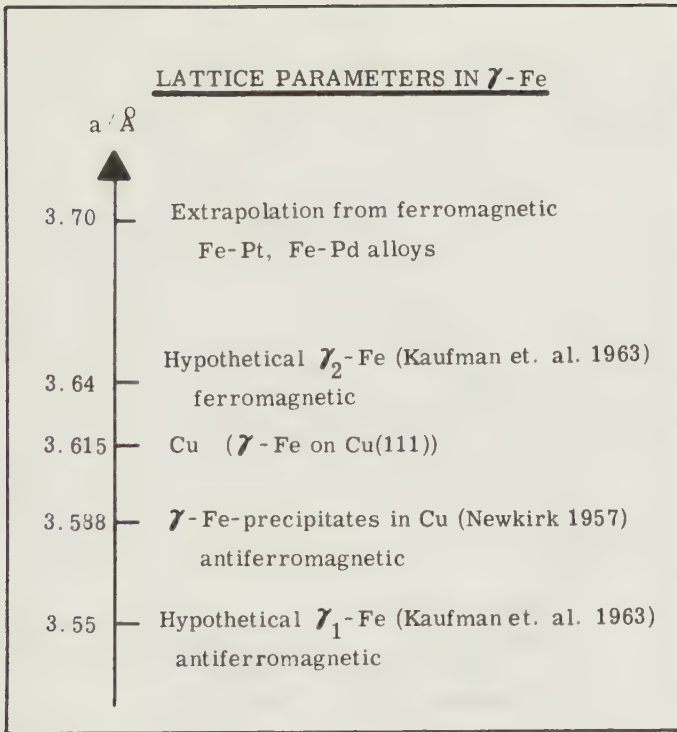


Abb.30 : Angaben verschiedener Autoren für die Gitterkonstante des γ -Fe

Gitterkonstante des γ -Fe auf Cu(111) mit der des Kupfers (3,615 Å) identisch ist (vollständige Pseudomorphie). Für den ferromagnetischen γ_2 -Zustand wird von KAUFMAN et al. [28] eine Gitterkonstante von 3,64 Å angegeben. Extrapolationen aus neueren Messungen an ferromagnetischen fcc-Fe-Legierungen, FePt [68,69] und FePd [70] ergeben für die Gitterkonstante der ferromagnetischen γ_2 -Phase einen Wert von $3,70 \pm 0,02$ Å (Abb.31). Aus den durch Erwärmen auf Raumtemperatur rekristallisierten AuFe-Schichten von FELSCH [38] kann eine Gitterkonstante des reinen γ -Fe von 3,74 Å extrapoliert werden. BOSTANJOGLO und GIESE [71] erhalten bei Rekristallisation ihrer spannungsstabilisierten amorphen Fe-Filme fcc-Fe mit 4,07 Å als Gitterparameter. Der von KAUFMAN et al. angegebene Wert wird daher wohl nur eine untere

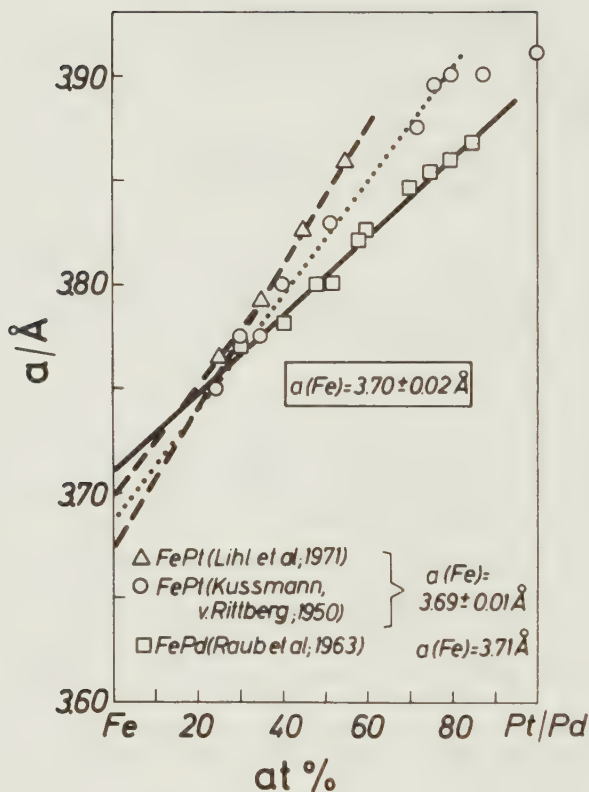


Abb.31 : Extrapolation der Gitterkonstanten des γ_2 -Zustandes aus ferromagnetischen fcc-Fe-Legierungen.

Grenze für die Gitterkonstante des γ_2 -Zustandes darstellen. Im Bilde der WEISS'schen γ -Zustände erscheint das unterschiedliche magnetische Verhalten von Ausscheidungen und Filmen sofort verständlich; die Gitterkonstanten der Ausscheidungen kommen der des γ_1 -Zustandes näher, die der γ -Fe-Schichten der des γ_2 -Zustandes, dadurch wird die unterschiedliche magnetische Ordnung bedingt.

Der Einfluß des Atom-Abstandes auf die magnetische Ordnung kann auch mit Hilfe der Bethe-Slater-Kurve (vgl. z.B. [73,74]) diskutiert werden, die schematisch die Abhängigkeit des Austauschintegrals J vom Verhältnis von a_0 , dem Abstand nächster Nachbarn, zum Radius der 3d-Schale angibt (Abb.32). Setzt man für γ -Fe einen konstanten Radius der 3d-Schale voraus, so ist die Lage des γ -Fe nur noch von a_0 bzw. der Gitterkonstanten a abhängig. Die γ -Fe-Ausscheidungen mit kleiner Gitterkonstante und anti-ferromagnetischer Ordnung sind bei negativem J eingetragen (vgl. Abb.32). Mit zunehmender Dehnung des Gitters wird sich die Lage des γ -Fe zu positiven Werten des Austauschintegrals verschieben; γ -Fe auf Cu(111) ist ferromagnetisch. Der hypothetische γ_2 -Zustand sollte aufgrund der von WEISS [26] angegebenen Curie-Temperatur von 1800 K (α -Fe: 1043 K) bei höheren Werten des Austauschintegrals liegen als das α -Fe. γ -Fe-Schichten auf Cu(111)

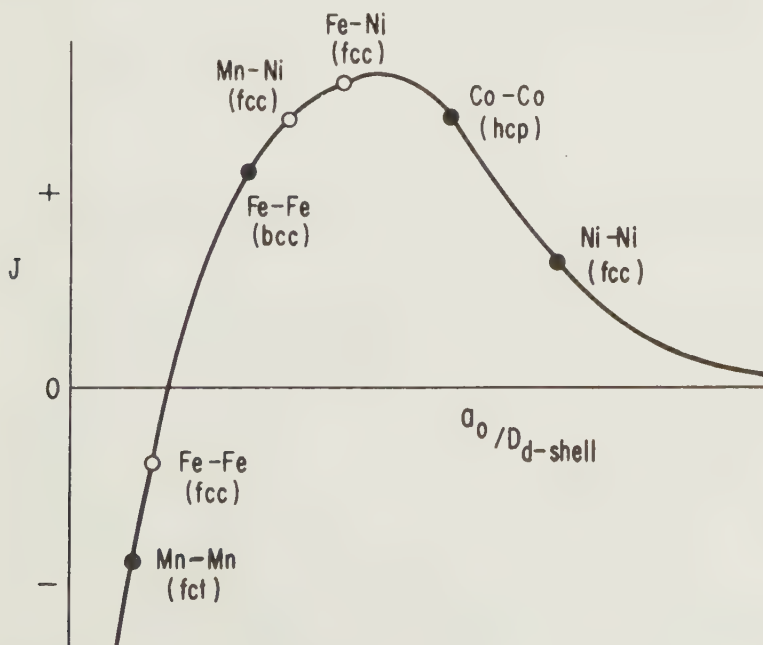


Abb.32 : Bethe-Slater-Kurve (nach [72]).

haben eine geringere Gitterkonstante als die γ_2 -Phase, ihnen wird also ein kleiner Wert des Austauschintegrals entsprechen. Es ist somit plausibel, daß die von uns für die Curietemperatur angegebene obere Grenze wesentlich unter 1800 K liegt (vgl. S.51).

Die scheinbare Diskrepanz zwischen der magnetischen Ordnung der Ausscheidungen mit der vermutlich intrinsischen Gitterkonstanten von 3,588 Å und den γ -Fe-Filmen auf Cu(111) mit der epitaktisch gedehnten Gitterkonstanten (3,615 Å) ist zwar durch die Bethe-Slater-Kurve ausgeräumt worden, die unterschiedlichen Ergebnisse an einkristallinen Schichten [9,35] können jedoch mit diesem mehr qualitativen Modell nicht geklärt werden, da der Einfluß der Kristallorientierung hierbei überhaupt nicht berücksichtigt wird. Die Experimente sind nämlich an unterschiedlichen Cu-Oberflächen -(100), (110) und (111)- durchgeführt worden. Ein Vergleich der verschiedenen Ergebnisse an Schichten wird zusätzlich dadurch erschwert, daß über die von KEUNE et al. [35] präparierten keine Informationen über strukturelle Details vorliegen, bei WRIGHT [9] Strukturuntersuchungen und ESR an unterschiedlichen Proben erfolgt sind.

Die Existenz einer ferromagnetischen γ -Phase des Eisens wurde aufgrund des Datenmaterials an fcc-Fe-Legierungen bereits 1963 von TAUER und WEISS [23] postuliert. Neuere theoretische Konzepte führen zu ähnlichen Vorstellungen. Bandberechnungen von ASANO und YAMASHITA [64] resultieren in einem antiferromagnetischen γ -Fe mit $0,7 \mu_B/\text{Atom}$ und $T_N = 50 \text{ K}$. ANDERSEN et al. [65,66,67] haben in einer spinabhängigen Rechnung für die Druckabhängigkeit des Volumens des γ -Fe für Atmosphärendruck zwei stabile Lösungen erhalten, einen paramagnetischen Zustand mit kleinem Volumen und einen ferromagnetischen mit großem Volumen, der bei Expansion des Gitters zu einem Moment von ca. $3 \mu_B/\text{Atom}$ führt, einem Wert, der gut mit dem γ_2 -Zustand von TAUER und WEISS [23] übereinstimmt. Rechnungen für (111)- γ -Fe-Filme mit einer Dicke bis zu sieben Lagen sind in Vorbereitung [78], so daß die Aussicht auf einen mehr quantitativen Vergleich zwischen Theorie und Experiment besteht. Experimentell wurde zunächst nur die antiferromagnetische Ordnung der Ausscheidungen gefunden. Das superpara-

magnetische Verhalten der kleinen voll-kohärenten Ausscheidungen und die ferromagnetische fcc-Nahordnung des amorphen Eisens sind jedoch starke Hinweise für die Existenz einer ferromagnetischen γ -Phase. WRIGHT [9] gelang es, ferromagnetische γ -Eisen-Filme zu präparieren; er führte jedoch keine systematischen Untersuchungen von Struktur und magnetischen Eigenschaften durch. Andere Autoren [35] wiederum finden auch an γ -Eisen-Schichten keine ferromagnetische Ordnung.

Unsere Arbeit stellt den ersten experimentellen Nachweis der Existenz der ferromagnetischen Ordnung des γ -Eisens in einem größeren Temperaturbereich an Schichten mit unterschiedlichem Wachstumsmodus jedoch wohldefinierter Struktur dar.

Herrn Prof. Dr. U. Gradmann danke ich für Themenstellung und Betreuung dieser Arbeit.

Allen Angehörigen des ehemaligen "Institutes für Angewandte Physik" danke ich für ihre Mitarbeit.

Herrn Dipl.-Phys. U. Steiner danke ich für die Durchführung der Ionenrückstreuungsmessungen.

Herrn Dr. F. Bär vom Fachbereich Chemie danke ich für die Möglichkeit, die FMR-Messungen durchführen zu können.

Literaturverzeichnis

- [1] M. Hansen, K. Anderko, Constitution of Binary Alloys,
New York 1958
- [2] W. Sucksmith und R.R. Pearce, Proc.Roy.Soc. A167, 189 (1938)
- [3] P. Weiss und G. Foex, Ach.Sci.Phys.Nat. 31, 5-19 und 89-117
(1911)
- [4] J.B. Newkirk, Transactions AIME 209, 1214 (1957)
- [5] E. Vogt, phys.stat.sol.(a) 28, 11 (1975)
- [6] E. Vogt, phys.stat.sol.(a) 34, 11 (1976)
- [7] W.A. Jesser und J.W. Matthews, Phil.Mag. 15, 1097 (1967)
- [8] W.A. Jesser und J.W. Matthews, Phil.Mag. 17, 595 (1968)
- [9] J.G. Wright, Phil.Mag. 24, 217 (1971)
- [10] C.S. Smith, Phys.Rev. 57, 337 (1940)
- [11] A. Knappwost und G.E. Bockstiegel, Z.Elektrochemie 57,
700 (1953)
- [12] A. Knappwost, Z.Elektrochemie 58, 65 (1954)
- [13] C. Berghout, Z.Metallkunde 52, 179 (1961)
- [14] B. Window, Phil.Mag. 26, 681 (1972)
- [15] S.C. Abrahams, L. Guttman und J.S. Kasper,
Phys.Rev. 127, 2052 (1962)
- [16] U. Gonser, C.J. Meechan, A.H. Muir, H. Wiedersich,
J.Appl.Phys. 34, 2373 (1963)

- [17] G.J. Johanson, M.B. McGirr, D.A. Wheeler,
Phys.Rev. B1, 3208 (1970)
- [18] D.L. Williamson, W. Keune, U. Gonser,
Proc.Int.Conf.Magnetism, Moscow 1973, Vol.1, 246 (1974)
- [19] H.H. Ettwig, W. Pepperhoff,
Arch.Eisenhüttenwesen 46, 667 (1975)
- [20] H.H. Ettwig, W. Pepperhoff,
Arch.Eisenhüttenwesen, im Druck
- [21] E.I. Kondorskii, V.L. Sedov, J.Exptl. Theoret.Phys. (USSR)
35, 1579 (1958); Soviet Phys. JETP 8, 1104 (1959)
- [22] Y. Ishikawa, The Science Reports of the Tohoku University(I)
58, 151 (1975)
- [23] J. Tauer und R.J. Weiss, Bull.Amer.Phys.Soc. 6, 125 (1961)
- [24] G. Hausch und H. Warlimont, Z.Metallkunde 64, 152 (1973)
- [25] B. Window, J.Appl.Phys. 44, 2853 (1973)
- [26] R.J. Weiss, Proc.Phys.Soc. 82, 281 (1963)
- [27] M.K. Wilkinson und C.G. Shull, Phys.Rev. 103, 516 (1956)
- [28] L. Kaufman, E.V. Clougherty, R.J. Weiss,
Acta Metal. 11, 323 (1963)
- [29] A.P. Modownik, Acta Metal. 18, 541 (1970)
- [30] L.H. Bennett und L.J. Swatzendruber,
Acta Metal. 18, 485 (1970)
- [31] D.L. Williamson, W. Keune, J. Lauer,
Frühjahrstagung DPG, Münster (1973)

- [32] W. Keune, D.L. Williamson, J. Lauer,
Frühjahrstagung DPG, Freudenstadt (1974)
- [33] W. Keune, D.L. Williamson, J. Lauer,
7th Intern.Coll.on Mag.Thin Films, Regensburg (1975)
- [34] W. Keune, R. Hallbauer, J. Lauer, U. Gonser,
Frühjahrstagung DPG, Freudenstadt (1976)
- [35] W. Keune, R. Hallbauer, U. Gonser, J. Lauer, L. Williamson,
Frühjahrstagung DPG, Münster (1977)
- [36] W. Felsch, Z.Physik 195, 201 (1966)
- [37] W. Felsch, Z.Physik 219, 280 (1969)
- [38] W. Felsch, Z.Angew.Physik 29, 217 (1974)
- [39] D.L. Williamson, S. Bukspan, R. Ingalls,
Phys.Rev. B6, 4194 (1972)
- [40] U. Gradmann, Appl.Phys. 3, 161 (1974)
- [41] P. Tillmanns, Dissertation, Marburg (1977)
- [42] U. Gradmann, P. Tillmanns, phys.stat.sol., im Druck
- [43] U. Gradmann, Phys.Condens.Mat. 3, 91 (1964)
- [44] Z.S. Basinski, W. Hume-Rothery, A.L. Sutton,
Proc.Roy.Soc. 229, 459 (1955)
- [45] U. Gradmann und J. Müller, phys.stat.sol. 27, 313 (1968)
- [46] J.H.E. Griffiths und J.R. MacDonald,
J.Sci.Instr. 28, 56 (1951)

- [47] D. Meierling und H. Gärtner, Z.Angew.Phys. 17, 213 (1964)
- [48] U. Gradmann, Habilitation, Marburg (1965)
- [49] U. Gradmann, Ann.Phys. (Leipzig) 17, 91 (1966)
- [50] U. Gradmann, W. Kümmerle, R. Tham,
Appl.Phys. 10, 219 (1976)
- [51] U. Gradmann, W. Kümmerle, P. Tillmanns,
Thin Solid Films, 34, 249 (1976)
- [52] Chemiker Kalender, Band II (1929)
- [53] P. Tillmanns, U. Gradmann, W. Kümmerle,
Vortrag DECHEMA, Frankfurt (1974)
- [54] U. Gradmann, W. Kümmerle, P. Tillmanns,
Vortrag 7th Intern.Coll.Mag.Films, Regensburg (1975)
- [55] U. Gradmann, Proc.Int.Symp. Clausthal (1966), p.485
- [56] U. Gradmann und J. Müller, J.Appl.Phys. 39, 1379 (1968)
- [57] L. Valenta, phys.stat.sol. 2, 112 (1962)
- [58] G.A.T. Allan, Phys.Rev. B1, 352 (1970)
- [59] M.E. Fischer und A.E. Ferdinand,
Phys.Rev.Letters 36A, 489 (1971)
- [60] S. Bagdonat und W. Göpel, Z.Phys.Chem. N.F. 87, 23 (1973)
- [61] H. Böhm, Einf. in die Metallkunde
B.I. Hochschultaschenbuch (1968), S.189ff
- [62] H. Schuhmann, Kristall und Technik 9, 1141 (1974)

- [63] K.E. Easterling und H.M. Miekko-Oja,
Acta Metal. 15, 1133 (1967)
- [64] S. Asano und J. Yamashita,
J.Phys.Soc.Japan 31, 1000 (1971)
- [65] U.K. Poulsen, J. Kollár, O.K. Anderson,
J.Phys. F, Metal.Phys. 6, L 241 (1976)
- [66] J. Madsen, O.K. Andersen, U.K. Poulsen, O. Jepsen,
Proc.Conf. on Magnetism and Magnetic Materials (AIP, New
York 1975), p.327 (1976)
- [67] O.K. Andersen, J. Madsen, U.K. Poulsen, O. Jepsen, J. Kollár,
Physica B + C, im Druck (1977)
- [68] F. Lihl, H. Elbel, W. Baumgartner,
Z.Metallkunde 62, 42 (1971)
- [69] A. Kussmann und G.G. von Rittberg,
Z.Metallkunde 41, 470 (1950)
- [70] B. Raub, H. Besskow, O. Loebich,
Z.Metallkunde 54, 549 (1963)
- [71] O. Bostanjoglo und W. Giese, phys.stat.sol.(a) 34, K1 (1976)
- [72] J.S. Kouvel und R.H. Wilson, J.Appl.Phys. 32, 435 (1961)
- [73] S. Müller und H. Lange, Z.Angew.Phys. 17, 142 (1964)
- [74] C.W.B. Grigson, D.B. Dove, G.R. Stillwell,
Nature 204, 173 (1964)
- [75] R. Koepke und G. Bergmann, Z.Physik 21, 158 (1975)

- [76] C. Kittel, Einführung in die Festkörperphysik, München/Wien (1969)
- [77] P.J. Grundy und G.A. Jones, Electron Microscopy in the Study of Materials, London (1976), p.86
- [78] J. Madsen, persönliche Mitteilung

Lebenslauf

15.07.1946 geboren in Göppingen

1952-1956 Grundschule in Tübingen und Kelkheim/Ts.

1956-1965 Gymnasium in Frankfurt-Höchst

04.03.1965 Abitur

SS 1965 Beginn des Physikstudiums in Marburg

1.10.65-1.4.67 Unterbrechung des Studiums zur Ableistung des Wehrdienstes

SS 1967 Wiederaufnahme des Physikstudiums in Marburg

23.04.1969 Vordiplom

April 1971 Fächerprüfung und Beginn der Diplomarbeit in der Arbeitsgruppe Halbleiterphysik des Fachbereichs Physik der Philipps-Universität Marburg

05.03.1973 Diplom

anschließend: Beginn der Dissertation in der Arbeitsgruppe Angewandte Festkörperphysik des Fachbereichs Physik der Philipps-Universität Marburg

